

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа Инженерная школа природных ресурсов
Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология
Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

| Тема работы |
|--|
| Изучение закономерностей привитой сополимеризации атактического полипропилена с виниловыми мономерами |

УДК 678.742.3:66.095.26-922.3

Студент

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|-------------------------------|---------|------|
| 2ДМ6А | Пименова Александра Сергеевна | | |

Руководитель ВКР

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|-------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент | Ротарь О.В. | к.х.н., доцент | | |

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Иностранный язык»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------------------|---------------|---------------------------|---------|------|
| Старший преподаватель | Рыманова И.Е. | | | |

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент | Криницына З.В. | к.т.н. | | |

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|-------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент | Король И.С. | к.х.н. | | |

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

| Руководитель ООП | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------------|------------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент | Бондалетова Л.И. | к.х.н., доцент | | |

Томск – 2018 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП

| Код результата | Результат обучения |
|--|--|
| <i>Профессиональные компетенции</i> | |
| P1 | Применять <i>глубокие</i> естественнонаучные, математические и инженерные <i>знания</i> для создания <i>новых</i> материалов |
| P2 | Применять <i>глубокие знания</i> в области современных технологий химического производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач |
| P3 | Ставить и решать <i>инновационные задачи инженерного анализа</i> , связанные с созданием материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов химической технологии |
| P4 | Разрабатывать химико-технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование для создания материалов, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке |
| P5 | Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> в области создания <i>новых</i> материалов, современных химических технологий, нанотехнологий |
| P6 | Внедрять, <i>эксплуатировать</i> современные высокотехнологичные линии автоматизированного производства, обеспечивать их <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды |
| <i>Универсальные компетенции</i> | |
| P7 | Использовать <i>глубокие знания</i> по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности |
| P8 | <i>Активно</i> владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности |
| P9 | Эффективно работать индивидуально, в качестве <i>члена и руководителя группы</i> , состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность <i>следовать корпоративной культуре</i> организации |
| P10 | Демонстрировать <i>глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов</i> инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах <i>устойчивого развития</i> |
| P11 | <i>Самостоятельно учиться</i> и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности |

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа Инженерная школа природных ресурсов
Направление подготовки (специальность) Химическая технология
Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП

(Подпись) _____ (Дата) Бондалетова Л.И.
(Ф.И.О.)

**ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

| |
|--------------------------|
| Магистерской диссертации |
|--------------------------|

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

| Группа | ФИО |
|--------|--------------------------------|
| 2ДМ6А | Пименовой Александре Сергеевне |

Тема работы:

| | |
|--|-----------------------|
| Изучение закономерностей привитой сополимеризации атактического полипропилена с виниловыми мономерами | |
| Утверждена приказом директора (дата, номер) | №1298/С от 28.02.2017 |

| | |
|--|--|
| Срок сдачи студентом выполненной работы: | |
|--|--|

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

| | |
|--|--|
| Исходные данные к работе <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i> | АПП, полученный на катализаторе Циглера – Натта суспензионной полимеризацией в гептане. |
|--|--|

| | |
|--|---|
| <p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p> | <p>Литературный обзор</p> <p>Объекты и методы исследования</p> <p>Результаты и их обсуждение</p> <p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p> <p>Социальная ответственность</p> <p>Заключение</p> |
|--|---|

| | |
|--|--------------------|
| <p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p> | <p>Презентация</p> |
|--|--------------------|

| |
|---|
| <p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p> <p><i>(с указанием разделов)</i></p> |
|---|

| Раздел | Консультант |
|---|---------------------------------|
| Аналитический обзор литературы Объекты и методы исследования Экспериментальные результаты и их обсуждение | к.х.н., доцент Волгина Т.Н. |
| Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение | к.т.н., доцент Криницына З.В. |
| Социальная ответственность | к.х.н., доцент Король И.С. |
| Раздел на английском языке | ст. преподаватель Рыманова И.Е. |

| |
|--|
| <p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p> |
| <p>На русском: Введение, Литературный обзор, Объекты и методы исследования</p> |
| <p>На английском: Introduction, Literary Review, Objects and Methods of Research</p> |

| | |
|--|--|
| <p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p> | |
|--|--|

Задание выдал руководитель:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------|-------------|------------------------|---------|------|
| Доцент ОХИ | Ротарь О.В. | к.х.н. | | |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|-------------------------------|---------|------|
| 2ДМ6В | Пименова Александра Сергеевна | | |

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

| Группа | ФИО |
|--------|--------------------------------|
| 2ДМ6А | Пименовой Александре Сергеевне |

| Школа | ИШПР | Отделение школы (НОЦ) | ОХИ |
|---------------------|------------|---------------------------|----------------------------------|
| Уровень образования | Магистрант | Направление/специальность | 18.04.01 «Химическая технология» |

| | |
|---|---|
| Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»: | 1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i> |
| Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке: | 1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i> |
| | 2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i> |
| | 3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i> |
| Перечень графического материала: | |
| 1. <i>Диаграмма Исикавы</i> 2. <i>Иерархическая структура работ по проекту</i> 3. <i>Иерархическая структура рисков</i> | |

| | |
|---|--|
| Дата выдачи задания для раздела по линейному графику | |
|---|--|

Задание выдал консультант:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|--|----------------|------------------------|---------|------|
| Доцент отделения социально-гуманитарных наук | Криницына З.В. | к.т.н. | | |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|-------------------------------|---------|------|
| 2ДМ6А | Пименова Александра Сергеевна | | |

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

| | |
|---------------|--------------------------------|
| Группа | ФИО |
| 2ДМ6А | Пименовой Александре Сергеевне |

| | | | |
|----------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| Институт | Инженерная школа природных ресурсов | Кафедра | Отдел химической инженерии |
| Уровень образования | Магистр | Направление/специальность | 18.04.01 Химическая технология |

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

| | |
|--|--|
| 1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения | Объект исследования: Атактический полипропилен Методика: модификация атактического полипропилена виниловыми мономерами. Рабочее место: лаборатория НИ ТПУ. Область применения: химическая промышленность. |
|--|--|

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

| | |
|---|---|
| 1. Производственная безопасность | 1.1. Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований. 1.2. Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия опасных и вредных факторов. |
| 2. Экологическая безопасность | 2.1. Анализ влияния объекта исследования на окружающую среду. 2.2. Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду. 2.3. Обоснование мероприятий по защите окружающей среды. |
| 3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях | 3.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований. 3.2. Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС. |
| 4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности | 4.1. Специальные (характерные для рабочей зоны исследователя) правовые нормы трудового законодательства. 4.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя. |

| | |
|--|--|
| Дата выдачи задания для раздела по линейному графику | |
|--|--|

Задание выдал консультант:

| | | | | |
|------------------|-------------------------|-------------------------------|----------------|-------------|
| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
| Доцент ОКД | Король Ирина Степановна | к.х.н., доцент | | |

Задание принял к исполнению студент:

| | | | |
|---------------|-------------------------------|----------------|-------------|
| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
| 2ДМ6А | Пименова Александра Сергеевна | | |

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 125 с., 19 рисунков, 27 таблиц, 41 источник, 2 прил.

Ключевые слова: атактический полипропилен, динитрил азоизомасляной кислоты, перекись бензоила, стирол, акриловая кислота, гептан.

Объектом исследования является процесс привитой сополимеризации атактического полипропилена с виниловыми мономерами в среде гептана с использованием динитрила азоизомасляной кислоты и перекиси бензоила.

Цель работы – получение продукта с различными, в зависимости от количества и выбора инициатора и мономера, свойствами.

В процессе исследования были наработаны лабораторные образцы сополимера и изучены их свойства. В результате экспериментов получали продукт с различными эксплуатационными характеристиками.

Область применения: добавки к смазочным материалам.

Экономическая эффективность/значимость работы - получение нового продукта, используемого в качестве смазочного материала.

Оглавление

| | |
|--|----|
| Введение..... | 11 |
| 1. Обзор литературы..... | 13 |
| 1.1 Катализ и его виды..... | 13 |
| 1.2 Катализатор полимеризации пропилена..... | 14 |
| 1.3 Катализаторы Циглера-Натта | 16 |
| 2. Технологии получения полипропилена..... | 30 |
| 2.1 Методы получения привитых сополимеров..... | 35 |
| 2.1.1 Реакции в системе полимер - мономер | 36 |
| 2.1.2 Реакции в системе полимер - полимер..... | 40 |
| 2.2 Введение функциональных групп в макромолекулу | 41 |
| 3. Объект и методы исследования | 46 |
| 3.1 Объекты исследования | 46 |
| 3.2 Методы исследования..... | 48 |
| 3.2.1 Методика определения кислотного числа | 48 |
| 3.2.2. Определение температуры размягчения и плавления полимеров | 48 |
| 3.2.3 Определение молекулярной массы криоскопическим методом | 50 |
| 4. Аналитический контроль..... | 53 |
| 4.1 Определение массовой доли атактической фракции..... | 53 |
| 4.2 Определение молекулярного веса | 55 |
| 4.3 Определение содержания акриловой кислоты..... | 57 |
| 5. Обсуждение результатов | 58 |
| 5.1 Сополимеризация окисленного АПП с виниловыми мономерами..... | 65 |
| 5. 2 Методы исследования структуры и свойств сополимеров..... | 67 |

| | |
|--|----|
| 6. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..... | 68 |
| 6.1 Предпроектный анализ | 68 |
| 6.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования..... | 68 |
| 6.1.2 Диаграмма Исикавы | 68 |
| 6.2 Оценка готовности проекта к коммерциализации..... | 69 |
| 6.3 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования | 72 |
| 6.4 Инициация проекта | 72 |
| 6.5 Организационная структура проекта | 74 |
| 6.6 Ограничения и допущения проекта..... | 76 |
| 6.7 Планирование управления научно-техническим проектом..... | 76 |
| 6.7.1 Иерархическая структура работ проекта | 77 |
| 6.7.2 Контрольные события проекта | 77 |
| 6.8 План проекта..... | 78 |
| 6. 9 Бюджет научного исследования | 83 |
| 6.10 Матрица ответственности | 90 |
| 6.11 Реестр рисков проекта | 91 |
| 6.12 План управления контрактами и поставками | 92 |
| 6.13 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования..... | 93 |
| 6.13.1 Оценка сравнительной эффективности исследования | 93 |
| 7. Социальная ответственность | 97 |
| 7.1 Производственная безопасность..... | 97 |
| 7.1.2 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований | 97 |
| 7.1.3 Обоснование мероприятий по защите исследователя от действия | |

| | |
|--|-----|
| опасных и вредных факторов | 99 |
| 7.2 Экологическая безопасность..... | 100 |
| 7.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях..... | 101 |
| 7.3.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований | 101 |
| 7.3.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС..... | 102 |
| 7.4 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности | 103 |
| 7.4.1. Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства | 103 |
| 7.4.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны..... | 104 |
| Заключение | 107 |
| Список публикаций..... | 108 |
| Список использованных источников | 109 |
| Приложение А | 114 |
| Приложение Б..... | 129 |

Введение

В настоящее время полипропилен (ПП) – третий в мире по объемам потребления после полиэтилена и поливинилхлорида.

Популярность полипропилена объясняется несколькими причинами: он легко перерабатывается почти всеми известными способами (экструзия, литье под давлением, выдув и др.), обладает уникальными свойствами (легкость, прочность, устойчивость к высоким температурам).

Полипропилен - синтетический термопластичный неполярный полимер белого цвета, принадлежащий к классу полиолефинов. широко используется в промышленности, медицине и быту. В России увеличение спроса на полипропилен носило просто взрывной характер. За 12 лет его потребление выросло в 4 раза - с 200 тыс. тонн в 2000 г. до 800 тыс. тонн в 2012 г.

Спрос на полипропилен в мире за 12 лет вырос почти в 2 раза и достиг в 2012 году 55 500 тыс. тонн. Производство - 62 000 тыс. тонн. Основной тенденцией в мире является стремительное наращивание крупных производств. Чтобы избежать глобального дефицита полипропилена в разных странах мира ищут альтернативный способы его получения, а не только с помощью крекинга нефти. На сегодняшний день это способы: синтез из других олефинов, синтез из метанола и дегидрирование пропана. Именно из пропана будут получать полипропилен на заводе «Тобольск – Полимер». На предприятии будут использоваться технологии UOP (дегидрирование пропана) и INEOS (полимеризация пропилена). Кроме него, в ближайшие 5 лет в мире будут введены в строй еще ряд предприятий, работающих по технологии дегидрирования пропана. Например, запуск омского завода «Полиом». Объем мощностей предприятия составляет 180 тыс.т, с мая 2013 г. планируется выход на 100% загрузку. Основной продукт производства – гомополимер полипропилена, с 2014 г. начнут выпуск блок-сополимеров и стат-сополимеров.

Неизбежно при получении полипропилена, независимо от способа получения образуется атактический полипропилен, являющийся отходом производства. Поэтому модификация АПП, тем самым превращение его в

новый продукт, является актуальной задачей.

В настоящее время мощности по производству полипропилена в России, составляют 630 тыс. т/г. Учитывая, что в среднем доля атактического полипропилена на отечественных производствах составляет 2-3%, можно рассчитать, что количество АПП составит более 15 тыс. т/год.

Задачей данной магистерской диссертацией является модификация АПП привитой сополимеризацией с акриловой кислотой, стиролом и малеиновым ангидридом в растворе, а также изучение конечных свойств полученного продукта.

Объект исследования: АПП, полученный на катализаторе Циглера – Натта суспензионной полимеризацией в гептане.

Методы исследования: для определения свойств АПП и привитых сополимеров используются титриметрические методы, а также ИК-спектроскопия.

Практическая значимость: проведенные экспериментальные исследования позволят провести выбор оптимальной системы в процессах привитой сополимеризации различных образцов АПП.

1. Обзор литературы

1.1 Катализ и его виды

Катализ был, есть и будет оставаться незаменимым для человечества. Учитывая тот факт, что большинство продуктов химической промышленности получают каталитически, катализ можно рассматривать как движущую силу прогресса. Катализатор в основном повышает химическую реакцию, другими словами, увеличивает скорость реакции без собственного расходования. Слово «катализ» происходит от греческого и означает «вниз» и «ослаблять» [1]. Катализ как инструмент выполнения реакций применялся в течение тысяч лет в таких процессах, как ферментация.

Рассмотрим определенную реакцию, скажем, $A_2 + B_2 \rightarrow 2AB$. Катализ происходит на поверхности катализатора, поэтому так называемый каталитический цикл начинается с адсорбции молекул на поверхности. При адсорбции внутренние связи молекулы будут ослаблены или сломаны. Поскольку адсорбция всегда экзотермична, потенциальная энергия будет уменьшаться. На следующем этапе молекула подвергается одной или нескольким реакциям. Это приводит к образованию желаемого продукта, который все еще связан с катализатором. Наконец, происходит десорбция продукта, что позволит адсорбировать на катализаторе новые реагенты. Этот шаг чрезвычайно важен, потому что без него нет каталитического цикла и, следовательно, нет катализа. Катализатор не изменяет термодинамику реакции, а это означает, что равновесие остается неизменным. Скорость реакции увеличивается, и устанавливается более благоприятный путь реакции. Другими словами, энергия активации понижается и, как результат, могут быть применены более мягкие условия реакции (более низкие температуры и давления).

Можно сказать что катализаторы разделены на две основные группы: гомогенные и гетерогенные катализаторы. В гомогенном катализе все реагенты и катализатор находятся в одной и той же фазе, которая чаще всего бывает жидкой. Катализатор обычно представляет собой металлический комплекс,

который растворяется в растворителе вместе со всеми реагентами.

В гетерогенном катализе катализатор находится в другой фазе, в отличие от реагентов. Катализатор находится в твердой фазе, которая может быть металлом или оксидом металла, тогда как реагенты находятся в жидкой или газовой фазе. Применение различных типов реакций, проводимых в периодических и непрерывных процессах, делает гетерогенный катализ выгодным по сравнению с гомогенным катализом. Кроме того, довольно простое отделение катализатора от реакционной смеси дает возможность рециркуляции катализатора, снижая его затраты. Важно то, что катализатор должен состоять из мелких частиц с высокой долей поверхностных атомов (катализ протекает на поверхности). Поэтому катализаторы обычно измельчают, то есть диспергируют и наносят на пористые носители с высокой площадью поверхности, такие как диоксид кремния, оксид алюминия, диоксид титана или углерод [2].

1.2 Катализатор полимеризации пропилена

Среди многих различных типов полимеров полиолефины, такие как полиэтилен (ПЭ) и полипропилен (ПП), занимают высокую позицию, связанную с балансом их стоимости и производительности, а также с их экономичным и экологически чистым производством. Полимеры представляют собой крупные молекулы, которые состоят из простых повторяющихся звеньев. После этилена пропилен является простейшим α -олефином, образуя полимер с метильными боковыми группами вдоль цепи (рис. 1.4).

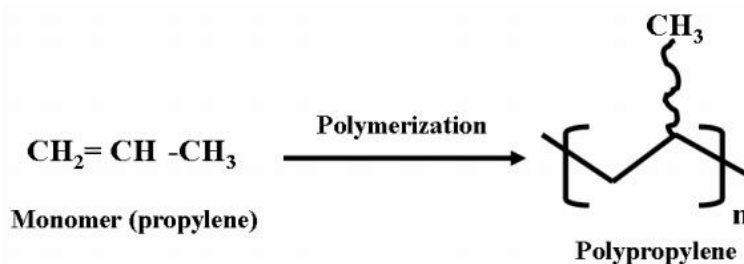


Рисунок 1 - Общая реакция пропилена при полимеризации

Стереохимическая конфигурация метильных групп определяет

тактичность полипропилена, который может быть изотактическим, синдиотактическим или атактическим, как показано на рис. 1.5. Термин тактичность проистекает из греческого «тактикос», что означает отношение или порядок.

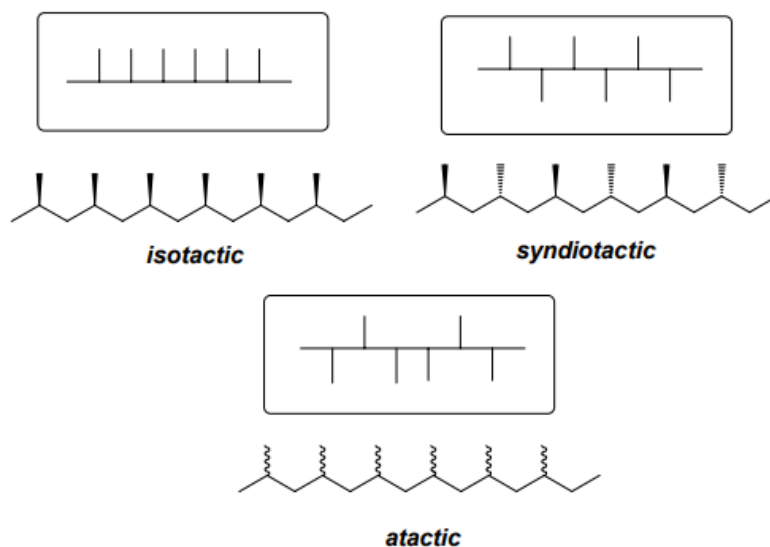


Рисунок 2 - стереоизомеры полипропилена; изотактический, синдиотактический, атактический

Изотактический полипропилен представляет собой стереорегулярный полимер со всеми метильными группами, расположенными в одном и том же направлении, вдоль углеродного скелета. В синдиотактическом полимере метильные группы чередуются вдоль цепи, тогда как случайная конфигурация метильных групп приводит к атактическому полипропилену. Тактичность является важным понятием в понимании связи между структурой и свойствами полипропилена. Стереорегулярность полимерной структуры влияет на кристалличность, температуру плавления, растворимость и механические свойства. Из-за своей упорядоченной структуры изотактический ПП имеет высокую прочность на разрыв и температуру плавления 162°C . Напротив, атактический ПП представляет собой аморфный полимер. Полипропилен считается самым универсальным полимерным материалом с широким спектром применений и глобальным производством, которое оценивается в 30 миллионов тонн в 2005 году [5] и в настоящее время превышает 40 миллионов тонн.

Полипропилен был впервые получен в 1951 году, когда команда «Phillips Petroleum Company» работала над смесью оксида хрома и никеля на носителе из оксида кремния-алюминия [16]. Этот катализатор дает полутвердый полипропилен с молекулярной массой приблизительно 5000-20 000. Единственное однозначное открытие, сделанное Филлипсом, состояло в том, что был получен твердый, частично кристаллический материал [16]. В 1954 году Стаматов и Бакстер провели серию экспериментов используя разные катализаторы для пропилена [16], но в большом количестве экспериментов производился либо вообще не полимер, либо масла. Большой прорыв произошел в 1954 году, когда Джулио Натта и его коллеги из Миланского политехнического института использовали катализатор Циглера для полимеризации пропилена, получая липкое твердое вещество. Экстракция кипящими растворителями приводила к выделению аморфных и кристаллических фракций, которые дополнительно характеризовались с помощью рентгеновской дифракции, выявляя изотактическую стереорегулярность кристаллической фракции. Вскоре были установлены термины, изотактические, синдиотактические и атактические для обозначения различных стереоизомеров полипропилена.

1.3 Катализаторы Циглера-Натта

Классический катализатор: катализатор Циглера-Натта является уникальным и бесспорным с точки зрения универсальности. Открытие в лабораториях Карла Циглера осенью 1953 года показало, что полиэтилен высокой плотности легко может быть изготовлен при низких давлениях с бинарными смесями алкилов металлов и солей переходных металлов, таких как $\text{AlEt}_3 + \text{TiCl}_4$. Затем, весной 1954 года, школа Джулио Натта продемонстрировала способность тех же катализаторов полимеризовать пропилен, впоследствии развивая улучшенные низкопотенциальные катализаторы TiCl_3 для получения изотактических полимеров из -олефинов. Катализатор Циглера-Натта может быть определен как комбинация (1)

соединения переходного металла элемента из групп IV-VIII и (2) органического соединения металла из групп I-III периодической таблицы. Соединение переходного металла упоминается как катализатор и металлоорганическое соединение в качестве сокатализатора или активатора. Существует большое количество патентов, касающихся комбинаций металлических алкилов и переходных металлов, некоторые из которых используются на практике. Аллюминиевые алкилы, такие как AlEt_3 , Al-iBu_3 и AlEt_2Cl , являются предпочтительными в качестве сокатализаторов, в то время как соединения переходного металла, содержащие Ti, V и Cr, используются чаще всего. На протяжении многих лет было предложено много механизмов полимеризации олефинов с катализаторами Циглера-Натта. Наиболее широко принят так называемый монометаллический механизм, предложенный Коссей и Арлманом в середине 1960-х годов [17] для кристаллического TiCl_3 . Существенной особенностью этого механизма является то, что поверхностные атомы титана, чтобы обеспечить электронейтральность системы, должны обладать координационной вакансией. Другими словами, изоспецифический активный участок представляет собой октаэдрически координированный ион титана, имеющий вакантное положение. Роль сокатализатора заключается в образовании связи Ti-C, которая необходима для введения мономера. Поэтому активный центр представляет собой атом титана, имеющий вакантный координационный участок и связь Ti-C (рисунок 1.7). Полимеризация происходит через два этапа. Во-первых, происходит координация мономера с активным центром с последующим миграционным введением координированного мономера в связь металл-углерод. В этом механизме регенерируется вакантный координационный участок, который обеспечивает дальнейшее распространение цепи. Полимерная цепь может или не может вернуться в исходное положение в зависимости от лигандной структуры центрального катализатора Ti и наличия стерического препятствия на поверхности гетерогенного катализатора Циглера-Натта.

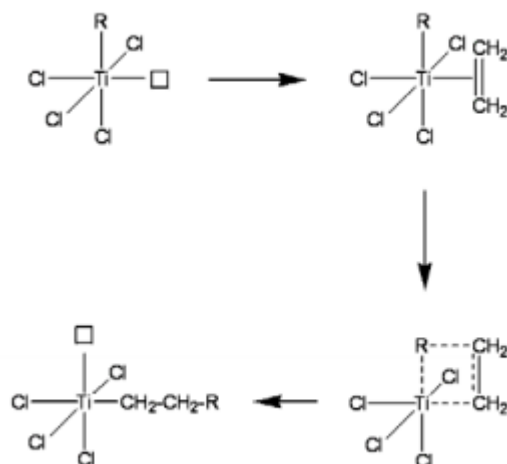


Рисунок 3 - Механизм Косзе-Арлмана для Циглера-Натта для полимеризации олефинов

В дополнение к стадиям координирования, введения и роста цепи мономера полимеризация Циглера-Натта характеризуется рядом реакций, которые приводят к прекращению цепи. По завершении либо передаче полимерной цепи могут выполняться шаги, показанные на рисунке 1.8. В общем, в нормальных условиях полимеризации наиболее эффективным процессом является передача цепи водородом [18, 19]. По этой причине молекулярный водород обычно используется для контроля молекулярной массы. Передача цепи водородом приводит к прекращению цепи путем образования насыщенных концевых групп. Передача цепей также может происходить посредством переноса β -водорода из растущей цепи в переходный металл или мономер и в меньшей степени посредством алкильного обмена с сокатализатором [19].

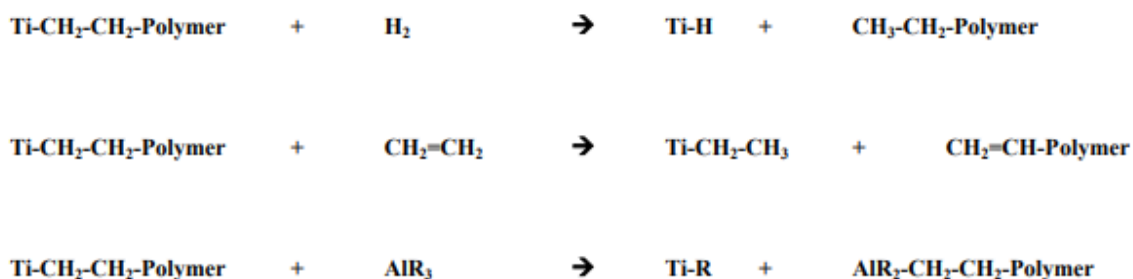


Рисунок 4 - Передача цепей в полимеризации пропилена

Кроме того, при полимеризации пропилена с использованием катализаторов хлорида титана рост цепи происходит через первичное (1,2-)

введение мономера. Для изоспецифического роста должна быть только одна координационная вакансия, а активный участок должен быть хиральным [19]. Коррадини и коллеги показали, что асимметричная среда активного участка заставляет растущую цепь принимать определенную ориентацию и уменьшать стерические взаимодействия с (хлорными) лигандами, присутствующими на поверхности катализатора [20]. Это приводит к тому, что одна конкретная прохиральная грань встраиваемого мономера является предпочтительной, как показано на рис. 1.9а, так как приводит к изотактическому полимеру. Однако важно отметить, что (как будет показано ниже) при полимеризации пропилена иногда также имеет место (2,1-) вставка (рис. 1.9б).

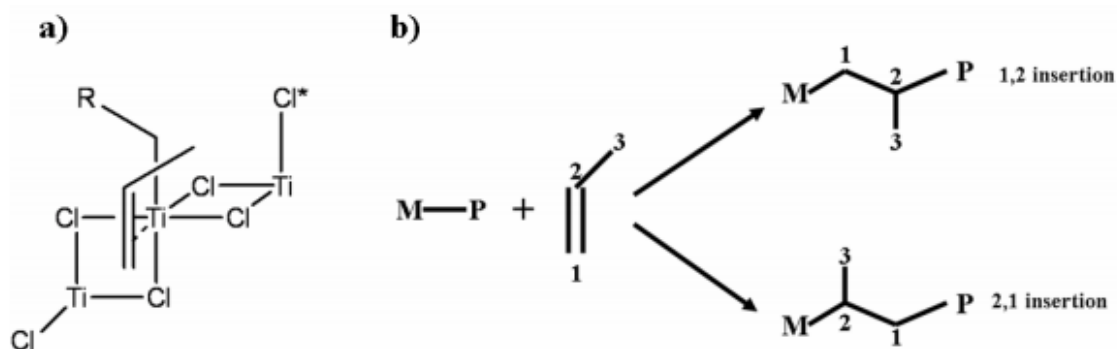


Рисунок 5 - а) Модель стереоспецифической полимеризации пропилена. На ориентацию растущей цепи влияет атом хлора, отмеченный звездочкой [19]. б)

Схема, показывающая 1,2 и 2,1 вставки. М-Р = цепь металл-полимер

Поддержка хлористого магния. Получение высокоактивных катализаторов стало возможным благодаря связыванию TiCl_4 с поверхностью безводного MgCl_2 . Промышленный процесс стереоспецифической полимеризации пропилена осуществляется с помощью катализаторов Циглера-Натта, в которых активные участки расположены на граничных поверхностях кристаллитов MgCl_2 . На самом деле основой для разработки высокоактивных катализаторов на подложке явилось открытие в конце 1960-х годов «активированного» MgCl_2 , способного поддерживать TiCl_4 и дающего высокую активность катализатора, а последующее открытие в середине 1970-х годов, доноров электронов (оснований Льюиса), способных увеличивать стереоспецифичность катализатора, дало возможность получать высоко изотактический полипропилен.

Вывод о том, что MgCl_2 , механически или химически активированный, выступает в качестве идеальной опоры для фиксации хлоридов титана, открыл новую эпоху в области катализатора Циглера-Натта. Это утверждение верно как с промышленной, так и с научной точки зрения. Высоко активные катализаторы могут быть получены путем длительного измельчения кристаллического безводного MgCl_2 (обычно в модификации α) с основанием Льюиса (LB), обычно называемым «внутренним донором», перед контактом с TiCl_4 . Такие катализаторы используют в комбинации с алкилалюминиевым соединением в качестве сокатализатора и вторым основанием Льюиса, обычно называемым «внешним донором» [19, 21]. Однако в настоящее время активированный носитель получают химическими средствами из комплексов хлористого либо спиртового магния или реакцией магниевых алкилов или алкоксидов с другими галогенированными соединениями [19, 21]. Контролируемые морфологические носители получают путем быстрого охлаждения эмульсий расплавленных аддуктов $\text{MgCl}_2 \cdot n\text{EtOH}$ ($n \cong 2-3$) в минеральном масле. Этот процесс приводит к образованию сферических частиц с узким распределением по размеру.

Объяснением успеха MgCl_2 в качестве носителя является кристаллическая структура, которая очень похожа на кристаллическую структуру TiCl_3 относительно межатомных расстояний и кристаллических форм. Структурный слой безводного MgCl_2 изображен на рисунке 1.10 [21]. Атомы организованы в двумерные гексагональные массивы с периодами повторения $a = b = 3,64 \text{ \AA}$, $\gamma = 1200$ для MgCl_2 , которые составляют «структурные» тройные слои. В этих структурных слоях атомы магния зажаты между двумя слоями атомов хлора, к которым атомы магния октаэдрически координируются и сильно связаны. Укладка структурных слоев вдоль направления, нормального к слоям, на расстоянии $5,90 \text{ \AA}$, в соответствии с правильной гексагональной структурой упаковки более крупных атомов галогена, приводит к α ($c = 17,7 \text{ \AA}$) и β ($c = 5,90 \text{ \AA}$) соответственно. В δ -модификациях MgCl_2 размеры кристалла становятся меньше и структурно разупорядочены, что связано с тем, как слои Cl-Mg-Cl складываются вдоль оси c . В этих неупорядоченных активных формах MgCl_2

последовательные слои Cl-Mg-Cl укладываются вдоль оси c в соответствии с гексагональной последовательностью или вращаются на $\pm 60^\circ$ относительно друг друга. Кроме того, их каталитическая активность повышается [21]. Реакция подложки из хлористого магния с TiCl_4 приводит к адсорбции последнего на поверхностях бокового расщепления MgCl_2 , таких как (110) и (100) разрезы, показанные на рисунке 1.10. Как указал Джаннини [22], атомы магния на этих поверхностях бокового расщепления координируются с 4 или 5 атомами хлора, в отличие от 6 атомов хлора в объеме кристалла. При реакции с сокатализатором (AlR_3) Ti^{4+} восстанавливается до Ti^{3+} и вводится связь Ti-C, которая необходима для введения мономера.

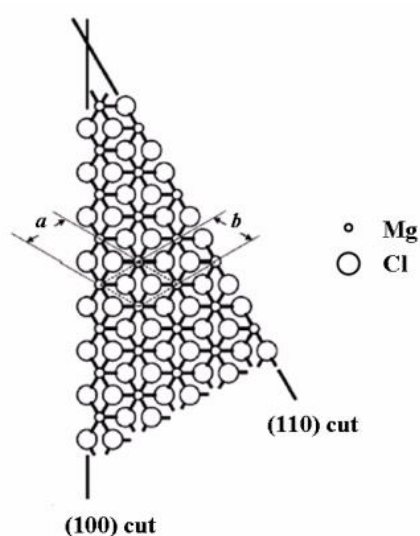


Рисунок 6 - Модель структурного слоя Cl-Mg-Cl в слоях MgCl_2 , показывающая разрезы (100) и (110). Также указаны гексагональные параметры элементарной ячейки $a = b = 3,64 \text{ \AA}$ [21]

Однако совсем недавно кристаллическая структура носителей MgCl_2 была повторно оценена Busico который пришел к выводу, что поверхность с пятикоординатными катионами Mg следует индексировать как (104), а не (100) [23]. Периодические расчеты показали, что поверхность (104) имеет относительно низкую энергию и является доминирующей боковой поверхностью в хорошо сформированных крупных кристаллах, а также в активированных опорах, полученных шаровым измельчением [23]. В этом тезисе (в последующих главах) мы будем принимать индексы (110) и (104), как советовали Busico и

коллеги, для четырех- и пятикоординатных поверхностей соответственно.

Роль донора. Обычная подготовка катализатора включает реакцию носителя $\text{MgCl}_2 \cdot n\text{EtOH}$ с избытком TiCl_4 в присутствии «внутреннего» донора электронов. С целью получения высокоэффективных катализаторов, в которых титан в основном присутствует в виде TiCl_4 , а не TiCl_3OEt , образующийся в начале реакции с носителем используются, как минимум, две стадии обработки TiCl_4 и температура 80°C .

Высокоактивные катализаторы Циглера-Натта, включая MgCl_2 , TiCl_4 и внутренний донор, обычно используют в комбинации с алкилалюминиевым сокатализатором, таким как AlEt_3 , и «внешним» донором электронов, который добавляют на стадии полимеризации. Первые каталитические системы, содержащие этилбензоат в качестве внутреннего донора, использовали в сочетании со вторым ароматическим сложным эфиром, таким как метил-п-толуол, в качестве внешнего донора [24]. Затем были разработаны катализаторы, содержащие диэфир (например, диизобутилфталат) в качестве внутреннего донора, используемые в сочетании со внешним донором алкоксисилана типа $\text{RR}'\text{Si}(\text{OMe})_2$ или $\text{RSi}(\text{OMe})_3$. Комбинация $\text{MgCl}_2 / \text{TiCl}_4 /$ фталатного эфира - AlR_3 - алкоксисилана в настоящее время является наиболее широко используемой каталитической системой в производстве ПП. На рисунке 1.11 представлены химические структуры вышеупомянутых доноров.

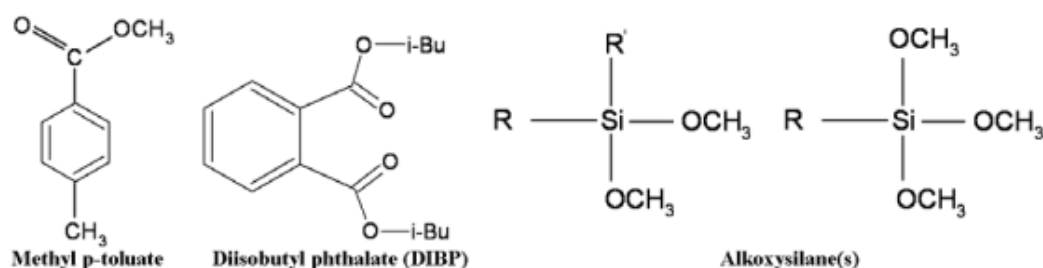


Рисунок - 7 Химические структуры метил-п-толуата, диизобутилфталата и алкоксисилана

Функция внутреннего донора в катализаторах с нанесенным MgCl_2 двойственна [19]. Одной из функций является стабилизация малых первичных

кристаллитов хлорида магния; другой - контроль количества и распределения $TiCl_4$ в конечном катализаторе. Активированный хлорид магния имеет неупорядоченную структуру, содержащую очень маленькие пластинки. Учитывая рисунок 1.10, было высказано предположение, что мостовидные дивалентные виды Ti_2Cl_8 могут координировать с (100) гранью $MgCl_2$ и привести, к образованию хиральных изоспецифических активных видов. Отмечено, что виды Ti_2Cl_6 , образованные восстановлением при контакте с $AlEt_3$, будут аналогичны тем же видам в катализаторах $TiCl_3$ [25, 26]. Следовательно, было предложено [27], что вероятной характеристикой внутреннего донора является предпочтительная координация на более кислой (110) поверхности $MgCl_2$, так что эта грань преимущественно занята донором, а на поверхности (100) преобладает Ti_2Cl_8 . Совершенно очевидно, что роль донора заключается в контроле количества и распределения $TiCl_4$ на поверхности носителя, в дополнение к стабилизации малых кристаллитов $MgCl_2$. Тем не менее недавние исследования механики и моделирования дали убедительные доказательства образования активных центров на разрезе (110) $MgCl_2$.

Было показано, что моноэфирный внутренний донор, такой как этилбензоат, в катализаторах Циглера-Натта координируется с $MgCl_2$, а не с $TiCl_4$ [28]. В поисках доноров, дающих катализаторы с улучшенной производительностью, считалось [29], что бидентатные доноры должны иметь возможность образовывать сильные хелатные комплексы с атомами тетракоордината Mg на (110) поверхности $MgCl_2$ или бивалентные комплексы с двумя атомами пентакоордината Mg на поверхности (100). Это инициировало разработку катализаторов $MgCl_2$ / $TiCl_4$ / фталатэфира, используемых, как указано выше, в сочетании со алкоксисиланом в качестве внешнего донора. Необходимость внешнего донора при использовании катализаторов, содержащих эфир бензоата или фталата, заключается в том, что когда катализатор входит в контакт с сокатализатором, большое количество внутреннего донора теряется из-за реакций алкилирования и / или комплексообразования. Когда внешний донор отсутствует, из-за потери стерической массы вблизи активных частиц на

поверхности катализатора получается плохая стереоспецифичность. Когда присутствует внешний донор, контакт компонентов катализатора приводит к замещению внутреннего донора внешним донором, как было указано [30, 31] с MgCl_2 / TiCl_4 / этилбензоат- AlEt_3 -метил-п-толуат и с MgCl_2 / TiCl_4 / дибутилфталат - AlEt_3 - $\text{PhSi}(\text{OEt})_3$. Наиболее активными и стереоспецифическими системами являются те, которые обеспечивают наивысшую координацию внешнего донора. Эффективность каталитической системы в большей степени зависит от выбора доноров, а не от индивидуального внутреннего или внешнего донора [32].

Поиск катализаторов на основе MgCl_2 , которые не требуют использования внешнего донора, привел к идентификации бидентатных внутренних доноров, которые не только имели подходящее кислородно-кислородное расстояние для эффективной координации с MgCl_2 , но которые, в отличие от эфиров фталата, не удалялись бы из подложки при контакте с AlEt_3 и которые не реагировали с TiCl_4 во время подготовки катализатора. Было найдено [29, 33-35], что некоторые 2,2-дизамещенные 1,3-диметоксипропаны удовлетворяют всем этим требованиям. Наилучшие показатели производительности и изотактичности были получены, когда объемные заместители в 2-положении приводили к тому, что диэфир имел наиболее вероятную конформацию [36] с кислородно-кислородным расстоянием в диапазоне 2,8-3,2 Å. Ниже приводятся последовательные «поколения» высокоактивных каталитических систем на основе MgCl_2 для полипропилена:

MgCl_2 / TiCl_4 / этилбензоат - AlR_3 - ароматический эфир

MgCl_2 / TiCl_4 / фталатный эфир - AlR_3 - алкоксисилан

MgCl_2 / TiCl_4 / диэфир - AlR_3

Производительность катализа значительно улучшилась с каждым поколением. В таблице 1.1 приведено хронологическое обоснование катализаторов Циглера-Натта на основе MgCl_2 для полипропилена по отношению к используемым внутренним и внешним донорам.

Таблица 1 - Катализаторы Циглера-Натта на основе MgCl_2 для

полипропилена. Производительность катализатора для разных внутренних и внешних доноров [37]

| Internal Donor | Year of Discovery | External Donor | Productivity kg PP/g cat. | Amorphous fraction wt-% | MWD M_w/M_n |
|-----------------------|--------------------------|-----------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| Benzoate | 1971 | Benzoate | 15 – 30 | 4 – 7 | 8 – 10 |
| Phthalate | 1980 | Alkoxysilane | 40 – 70 | 1 – 5 | 6 – 8 |
| Diether | 1988 | - | 100 – 130 | 2 – 5 | 4 – 5 |
| " | " | Alkoxysilane | 70 – 100 | 1 – 2 | 4 – 5 |
| Succinate | 1999 | Alkoxysilane | 40 – 70 | 1 – 5 | 10 – 15 |

Механические аспекты. Хорошо известно, что эффективные внешние доноры не только повышают изотактический индекс полимера (количество нерастворимого в гептане полимера или в ксилоле при 25 ° C), но также могут в абсолютном выражении увеличить количество изотактических полимера. Значительные успехи были достигнуты в понимании существенных факторов, влияющих на производительность современных катализаторов на основе $MgCl_2$. Исследования Busico et al. [38] показали, что неровности цепи в изотактическом полипропилене, полученные с использованием гетерогенных катализаторов, не произвольно распределены вдоль цепи, а сосредоточены в одном месте. Цепь может в результате включать, помимо сильно изотактических блоков, последовательности, которые можно отнести к слабо изотактическим (изотактическим) и синдиотактическим блокам. Это говорит о том, что активный участок может изомеризоваться очень быстро (во время роста одной полимерной цепи, то есть менее чем за секунду) между тремя различными видами размножения. Эти же последовательности присутствуют, но в очень разных количествах из-за присутствия различных активных видов как в растворимой, так и в нерастворимой фракции.

Создана механистическая модель, в которой относительный вклад этих последовательностей может быть связан с трансформациями участков, связанными с наличием или отсутствием стерических помех вблизи активных

центров [38]. ^{13}C ЯМР-исследования показали [39] наличие C_1 -симметричных активных веществ в катализаторах на носителе с MgCl_2 с механизмом изотактического распространения, который аналогичен механизму для некоторых C_1 -симметричных металлоценов, что означает, что введение пропилена в высокоэнантиоселективном участке имеет тенденцию следовать за цепочкой «назад-пропустить», а не менее регио- и стереоселективную вставку, когда цепь находится в координационном положении, предварительно занятом мономером [38]. Возможность протекания цепи «обратного проскальзывания» будет возрастать с уменьшением концентрации мономера, и было действительно подтверждено, что повышенная изотактичность полимера достигается при низкой концентрации мономера. Предложено [38], что временная потеря стерического препятствия с одной стороны активного вида с локальной C_2 -симметрией, дающая C_1 -симметричный вид, может привести к переходу от высоко изоспецифического к средне изоспецифическому распространению. Потеря стерических помех с обеих сторон может привести к синдиоспецифическому распространению, когда контроль цепочки становится эффективным. Модель проиллюстрирована на рисунке 1.12, где L1 и L2 представляют собой лиганды, дающие необходимое стерическое препятствие.

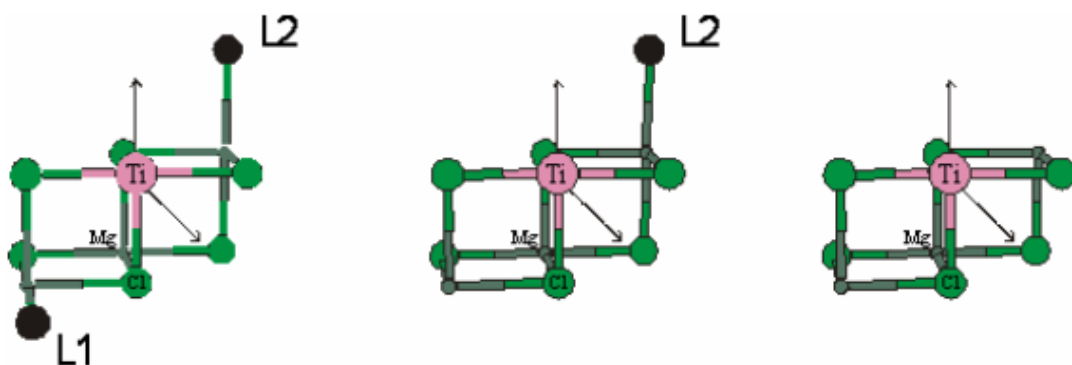


Рисунок 8 - Модель возможных активных видов для сильно изотактического, изотактического и синдиотактического распространения [38]

Предполагая, что стерическое препятствие вблизи активных видов может происходить из-за присутствия донорной молекулы и что координация такого донора обратима, приведенная выше модель дает нам разъяснение в отношении

того, что сильно координирующие, стереоригенные доноры обычно дают стереорегулярные полимеры, в которых преобладают сильно изотактические последовательности. Было предложено несколько типов активных видов, в которых присутствие донора вблизи активного атома Ti требуется для высокой изоспецифичности [40], хотя точная структура активных видов еще не разрешена.

В производстве ПП водород используется в качестве агента переноса цепи для контроля молекулярной массы полимера, как упомянуто выше. Влияние водорода) на молекулярную массу полимера зависит от каталитической системы. Особенностью катализаторов, содержащих донор диэфир, помимо очень высокой активности, является высокая чувствительность к водороду, так что для контроля молекулярной массы требуется относительно небольшое количество водорода.

Этот эффект можно объяснить переносом цепи после случайной вторичной (2,1-) вставки, а не общей первичной (1,2-) вставки. Вставка (2,1-) задерживает следующую вставку мономера и, следовательно, повышает вероятность переноса цепи [41]. Реактивация «бездействующих» (2,1-вставленных) видов путем переноса цепи с водородом также объясняет широко наблюдаемое активирующее действие водорода при полимеризации пропилена, получая выходы, которые могут быть примерно в три раза выше, чем при абсолютном отсутствии водорода. Эти выводы были получены на основе ^{13}C -ЯМР-определения относительных пропорций цепей iBu - и nBu -концевых последовательностей, возникающих после переноса цепи водородом после первичной и вторичной вставки соответственно [19].

Рост частиц полимера: газовые или суспензионно-фазовые процессы использовались для катализаторов Циглера-Натта и Филлипса в производстве полиолефинов более 50 лет. Эти технологии очень эффективны и понятны. Очень важной особенностью гетерогенного катализатора, используемого в процессах газовой или шламовой фазы для получения полиолефинов, является его морфология частиц. Неоднородные катализаторы Циглера-Натта

представляют собой микропористые твердые вещества, содержащие частицы размером обычно в диапазоне 10-100 мкм [19]. Каждая частица состоит из миллионов первичных кристаллитов с размерами до 15 нм. При контакте твердого катализатора с сокатализатором и мономером происходит диффузия через частицы катализатора, и полимеризация будет происходить на поверхности каждого первичного кристаллита внутри частицы. По мере образования полимера первичные кристаллиты отталкиваются и полимерная частица растет. Форма частицы сохраняется, и это явление упоминается как репликация. На рисунке 1.13 показана упрощенная схема. В идеальном случае морфология частицы должна быть сферической, а пористость должна контролироваться. Очень важно, чтобы механическая прочность катализатора была достаточно высокой, чтобы избежать распада, но достаточно мала, чтобы обеспечить прогрессирующее расширение по мере прохождения полимеризации [19].

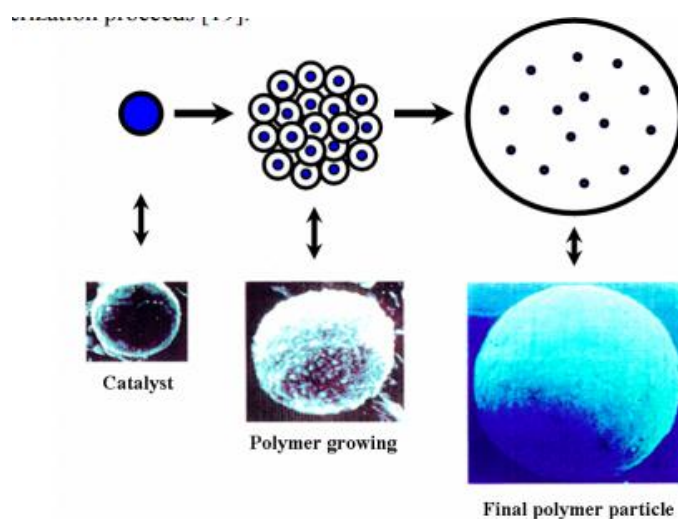


Рисунок 9 - явление «репликации» во время полимеризации [7, 19]

2. Технологии получения полипропилена

Первые промышленные процессы получения ПП с использованием катализаторов Циглера-Натта были освоены в 1957-1958 годах компаниями Montecatini (Италия) и Hercules (США). В основе обеих технологий лежал процесс полимеризации пропилена в среде углеводородного растворителя (гептан, гексан) при температуре 55-80°C и давлении 0,6-1,0 МПа.

Реакция полимеризации пропилена велась непрерывно в нескольких последовательных реакторах в среде гексана. В качестве регулятора молекулярной массы использовался водород, который подавался непосредственно в реакционную среду. После процесса полимеризации полученная суспензия полимера отправлялась в дегазатор для отделения непрореагировавшего пропилена и разложения остатков каталитического комплекса путем добавления бутанола. Для полного удаления остатков разложившегося катализатора полимер промывался деминерализованной водой с последующим отделением воды от органической фазы. Отработанная вода очищалась от бутанола в отделении регенерации растворителей и поступала на установку локальной очистки.

Отделение порошка ПП от растворителя происходило с помощью центрифугирования, после которой полимер сушился горячим азотом и отправлялся на транспортировку. Отработанный гексан и азеотроп очищался от примесей в отделении регенерации растворителей и возвращался на стадию полимеризации.

В качестве каталитической системы (КС) использовались массивные катализаторы I и II поколений на основе $TiCl_3$ с сокатализатором $Al(C_2H_5)_2Cl$, которые отличались низкой производительностью и стереоспецифичностью. В связи с этим, значительными недостатками первых промышленных суспензионных процессов получения ПП являлись:

- низкая (по сравнению с современными каталитическими системами) активность катализатора (до 6 кг/час) и его стереоспецифичность и, как следствие, большой выход нецелевого атактического полипропилена;
- большая энергоемкость процесса в связи с наличием таких

энергозатратных стадий как регенерация растворителя, разложение КС и выделение атактического полипропилена;

- достаточно «узкая» продуктовая линейка, особенно в части сополимеров.

Решением этих проблем стала разработка новых более эффективных катализаторов полимеризации пропилена – титан-магниевых катализаторов (ТМК) III и далее IV поколений на основе тетрахлорида титана и хлорида магния. Эти катализаторы включают в свой состав электронодонорные соединения (внешний и внутренний доноры) для улучшения стереоспецифичности процесса полимеризации, позволившие упростить технологическую схему получения ПП за счет исключения стадий отмывки полимера.

Изотактический полипропилен представляет твёрдый термопластичный материал с температурой плавления 165-170 °С и плотностью 900-910 кг/м³. Полипропилен обладает высокой пространственной регулярностью, приводящей к кристаллизации макромолекул (степень кристалличности достигает 85-95%) [12].

Полипропилен имеет более высокую теплостойкость, чем полиэтилены низкой и высокой плотности. Полипропилен в отличие от полиэтилена и сополимеров этилена является более лёгким, жесткими и прозрачным полимером, обладающим блеском и высокими механическими свойствами.

Подбирая условия полимеризации и каталитическую систему, можно синтезировать полипропилен, содержащий в основном одну из заданных структур.

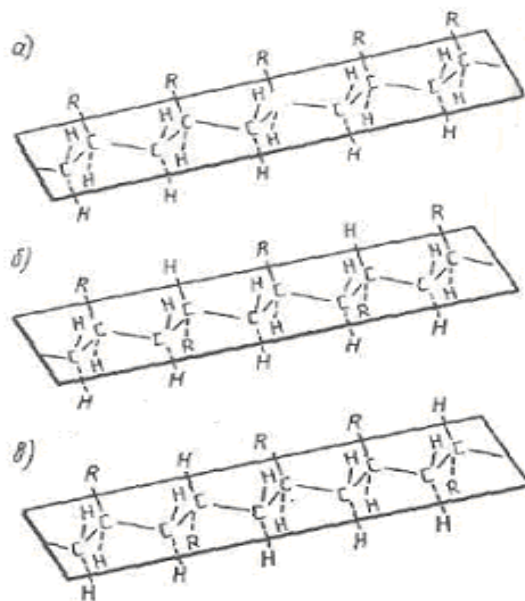


Рисунок 10 - Виды стереорегулярной структуры макромолекул полипропилена, где R - ($\sim\text{CH}_3$): а - изотактическая; б - синдиотактическая; в - атактическая

Полипропилен, в котором все боковые группы $\text{CH}_3\sim$ располагаются по одну сторону от плоскости молекулы, был назван изотактическим (рисунок 3, а). Изотактический полипропилен имеет вторичную спиральную структуру с периодом в три мономерных звена.

Если алкильные группы расположены регулярно, но по разные стороны от основной цепи, то полипропилен называют синдиотактическим (рисунок 3, б).

Полипропилен, в котором не наблюдается упорядоченности боковых групп, называют атактическим (рисунок 3, в).

Стереоизомеры полипропилена существенно различаются по механическим, физическим и химическим свойствам.

Атактический полипропилен, с кристаллографической точки зрения, является некристаллическим веществом, рентгенограмма которого характеризуется наличием широкого диффузного кольца с максимумом интенсивности при $2\phi=15,8^\circ$. Различие в молекулярной структуре атактического и изотактического полипропилена подтверждают не только результаты рентгенографического исследования, но и данные инфракрасного спектра

поглощения. В инфракрасном спектре атактического полипропилена отсутствуют полосы поглощения 810, 842, 902, 999 и 1169, которые характерны для кристаллического полипропилена.

Помимо активации полипропилена излучением высокой энергии, для модификации его свойств можно использовать и другие физические факторы. Так, при действии ультразвука на высокомолекулярный атактический полипропилен в растворе, содержащем, в частности, стирол, образуется блоксополимер, одну часть макромолекулы которого составляет полипропиленовая цепочка, а другую - сегмент полистирола. Точно так же можно модифицировать полипропиленовую пленку другим полимером (в виде эмульсии) в электрической дуге [2]. Деструкция связей C—C может быть вызвана также и механическими воздействиями в процессе смешения полипропилена с другим, по крайней мере, частично совместимым полимером, причем при соответствующих условиях не исключена возможность образования блоксополимера.

Структура изотактического полипропилена настолько однородна, что из него готовят синтетические волокна высокой прочности. Этими ценными качествами не обладают атактический полипропилен, в структуре которого СН₃-группы в пространстве расположены хаотически, что не допускает создание максимально плотной упаковки молекул в твердой фазе и стабилизации структур за счет межмолекулярного взаимодействия макромолекул. Кроме полимера изотактического в ходе реакции получается, как это было уже сказано выше, определённая доля атактического полипропилена. Для расширения ассортимента полимерных материалов и утилизации АПП проведена прививка на АПП виниловых мономеров: стирола и акриловой кислоты. Привитые сополимеры обычно должны сочетать свойства составляющих компонентов.

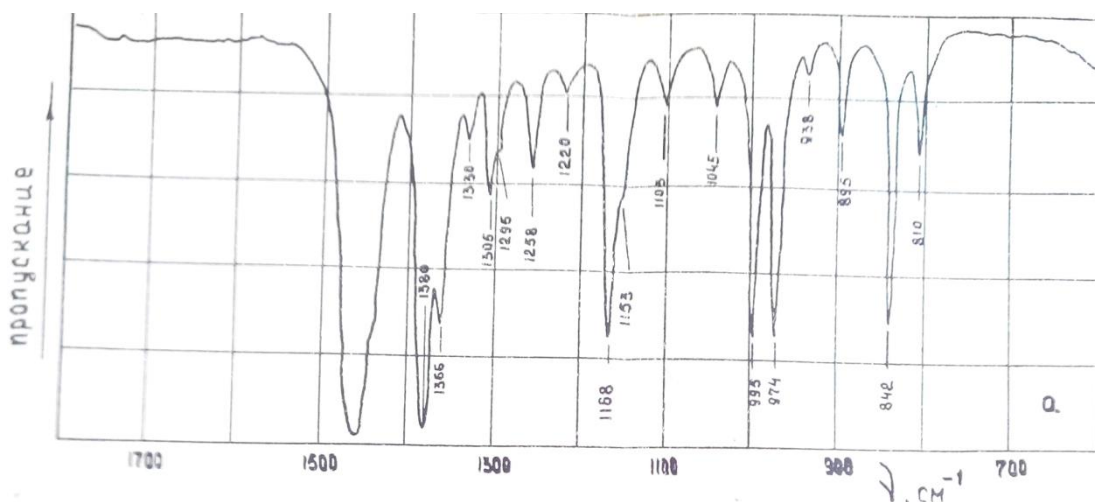


Рисунок 11 - ИК спектр поглощения изотактического полипропилена

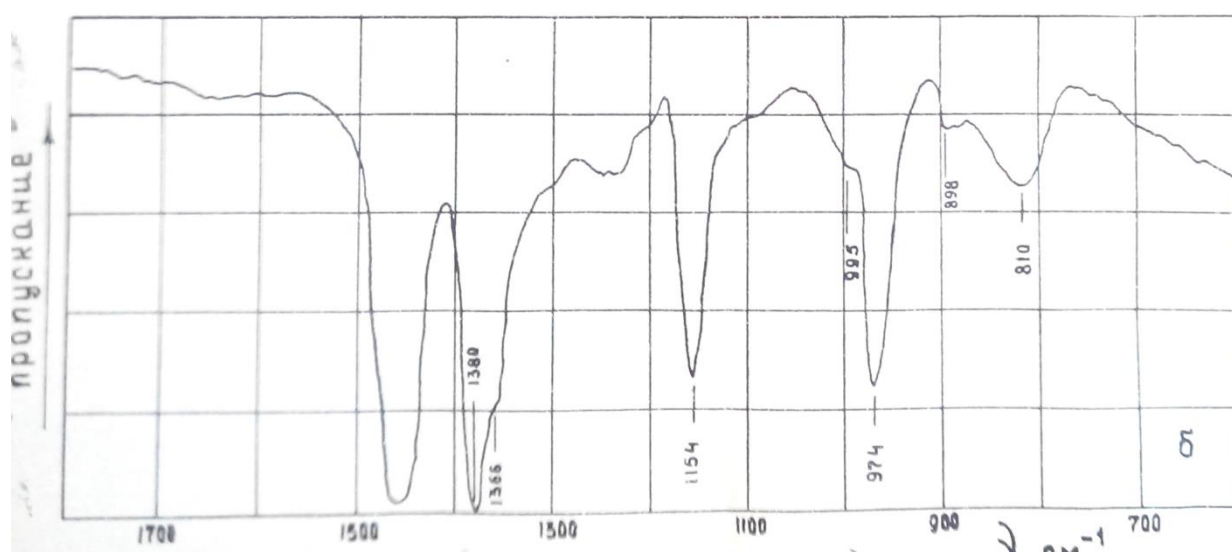


Рисунок 12 - ИК спектр поглощения атактического полипропилена

Как видно из изображения спектра [41], для АПП характерен пик 1360, наличие которого и было обнаружено на полученных, в ходе экспериментов, спектрограммах.

Таблица 2 - Выход АПП от общего объема суспензии, полученной в присутствии катализатора фирмы BASF серии LYNX с различными внешними донорами.

| Показатель | Лабораторные образцы ПП марки PP H030 GP | | | | |
|--------------|--|---------|---------|---------|---------|
| | С-донор | В-донор | N-донор | P-донор | D-донор |
| АПП, % масс. | 1,1 | 0,9 | 1,5 | 0,8 | 0,8 |

2.1 Методы получения привитых сополимеров

Одним из новых направлений синтеза полимеров с заданными физическими, механическими или химическими свойствами является метод привитой полимеризации. Химическая структура макромолекулы полипропилена позволяет осуществлять прививку мономеров винилового типа как за счет реакций передачи цепи, так и за счет использования неустойчивых перекисных групп в окисленном полипропилене. Сущность прививки по радикальному механизму заключается в образовании макрорадикалов полипропилена, к которым при последующей полимеризации присоединяются боковые цепи другого полимера.

В результате привитой полимеризации подавляются или даже полностью устраняются такие отрицательные свойства полипропилена, как недостаточная стойкость к термоокислительной и световой деструкции, низкая гидрофильность, плохая окрашиваемость, малая ударная прочность в области температур ниже 0°C, значительное падение прочности и повышение разрывного удлинения в условиях повышенной температуры, а в случае волокнистого материала, кроме того, улучшаются качество на ощупь и перерабатываемость в изделия.

Получаемый в промышленности товарный полипропилен (ПП) имеет изотактическую структуру с регулярно построенной цепью по типу «голова к хвосту». Макромолекулы изотактического ПП создают дальний порядок с образованием кристаллического полипропилена со степенью кристалличности до 75%. Однако, наряду с этим при синтезе получается определенное (3-5%) количество атактического пропилен (АПП).

Для получения привитых сополимеров используются реакции химических превращений полимеров: наличие в АПП остаточных двойных связей и виниловых мономеров приводит к получению нового привитого сополимера.

Разветвленные высокомолекулярные соединения, макромолекулы которых

состоят из основной цепи и боковых ответвлений, различающихся по составу и/или строению. Основная и боковые цепи могут быть гомо и сополимерами.

2.1.1 Реакции в системе полимер - мономер

Для получения блок- и привитых сополимеров необходимо в макромолекуле создать реакционные центры, на которых происходит полимеризация. Для этих целей используется *радикальная полимеризация* и реже *- ионная полимеризация*.

Радикальную атаку макромолекул можно осуществлять в одну и две стадии и в зависимости от этого будут получаться различные продукты.

(А) Радикальная полимеризация (одностадийный метод)

1) В мономере В растворяют гомополимер, состоящий из звеньев А, и добавляют радикальный инициатор.

Под действием радикала, образовавшегося при распаде инициатора, происходит радикальная полимеризация мономера В.

Затем осуществляется передача цепи от макрорадикала цепи из звеньев В на полимер из звеньев А путём отрыва подвижного атома водорода.

В результате, в основной цепи полимера из звеньев А образуется радикал и происходит привитая полимеризация мономера В.

Например, прививка стирола к полибутадиену идёт по схеме:

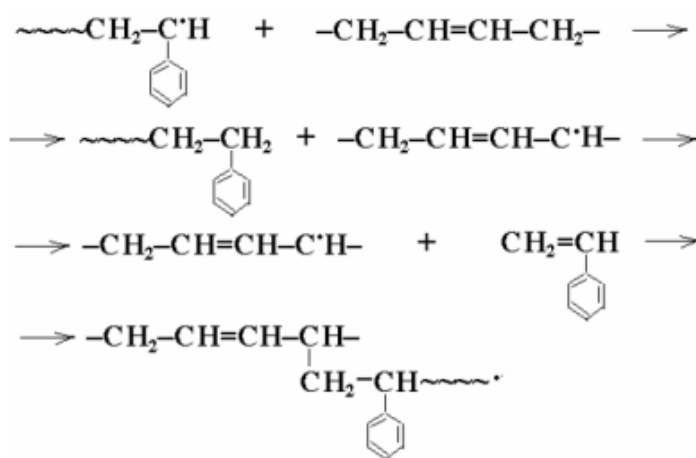


Рисунок 13– Схема прививки стирола к полибутадиену

Полученный привитой сополимер называется полибутадиен-*пр*-стирол, где первым в названии указывается мономер, образующий основную полимерную цепь, а вторым - прививаемый мономер.

В результате рассмотренного одностадийного метода образуется смесь продуктов, состоящая из привитого сополимера, гомополимера из звеньев мономера А и гомополимера из звеньев мономера В.

Эффективность такого метода получения привитого сополимера зависит от скорости передачи цепи на полимер, которая определяется температурой, соотношением полимера и мономера, концентрацией инициатора, подвижностью отрывающегося от цепи атома, реакционной способностью мономера В и полимера. Метод характеризуется технологической простотой и широко применяется в промышленности.

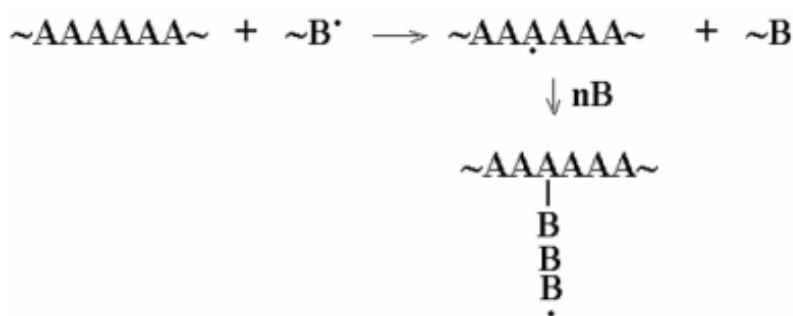


Рисунок 14 – Общий вид прививки путем передачи цепи

(Б) Радикальная полимеризация (двухстадийный метод)

Получить привитой сополимер без примесей гомополимеров можно путем проведения реакции в две стадии. На первой стадии на гомополимер действуют свободными радикалами (R^{\bullet}) или γ -облучением, а затем на второй стадии реакции вводят мономер В.

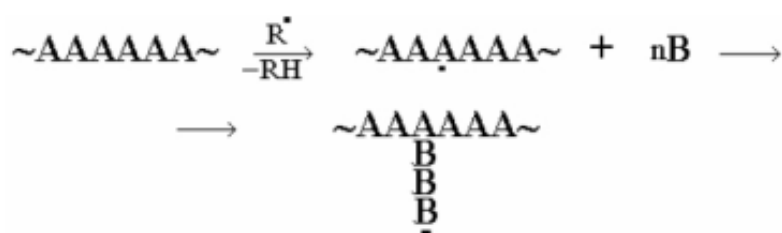


Рисунок 15 – Схема реакции радикальной полимеризации

Рассматриваемый метод позволяет получить чистый привитой сополимер, однако скорость реакции в этом случае меньше, чем при облучении смеси гомополимера и мономера.

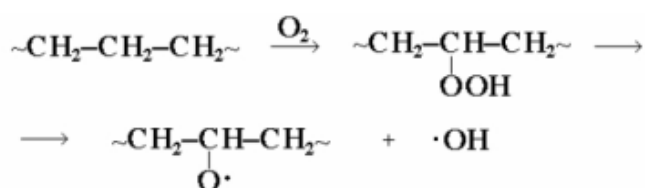
Получение макрорадикалов:

Для получения привитых сополимеров генерирование макрорадикалов может быть осуществлено разными путями:

1) При УФ-облучении полимера:



2) При окислении полимеров на воздухе с последующим разложением гидропероксидных групп при нагреве:



В) Ионная полимеризация

При анионной полимеризации отсутствие обрыва цепей приводит к образованию “живых” полимеров, когда длительно сохраняется активность растущих цепей. “Живые” полимеры используют для получения блоксополимеров. Получение блоксополимеров осуществляют путем последовательного введения различных мономеров в реакционную смесь, содержащую “живой” полимер. Это позволяет регулировать длину, число и порядок чередование полимерных блоков в макромолекулах сополимеров.

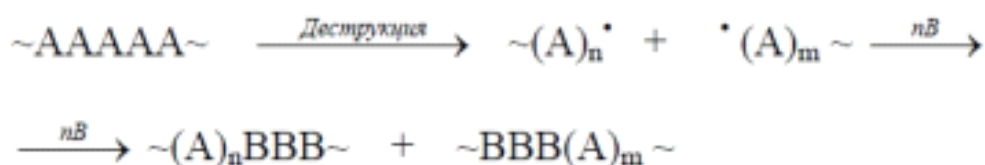
Пример: К “живому” полимеру, состоящему из звеньев мономера А, добавляют второй мономер В и при этом рост цепи продолжается с образованием блока из звеньев мономера В:



“Живые” полимеры можно дезактивировать введением протонодонорного соединения (например, CH_3OH).

(Г) Механохимический синтез

Для получения блоксополимеров проводят механическую деструкцию смесей гомополимера, состоящего из звеньев мономера А, с мономером В. В результате механической деструкции гомополимера образуются макрорадикалы, на которых протекает полимеризация мономера В:



Механическую деструкцию полимеров проводят путём вальцевания, измельчения, экструзии, вибропомола, облучении ультразвуком, при замораживании растворов полимеров и их размораживании и др. При проведении таких реакций необходимо учитывать протекание побочных реакций деструкции и рекомбинации макрорадикалов.

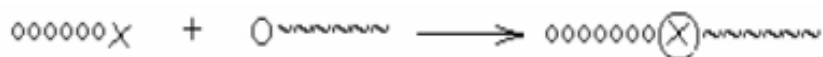
2.1.2 Реакции в системе полимер - полимер

Основой этого метода получения блоксополимеров и привитых сополимеров является взаимодействие полимеров или олигомеров путем конденсации функциональных групп или путем рекомбинации макрорадикалов различных полимеров.

(А) Конденсационный метод

Получение блоксополимеров и привитых сополимеров возможно

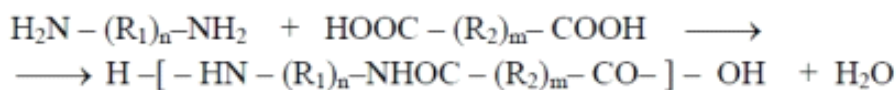
реакциями функциональных групп различных гомополимеров, когда функциональные группы одного гомополимера способны реагировать с функциональными группами другого гомополимера. Если функциональные группы гомополимеров являются концевыми, то образуются блоксополимеры:



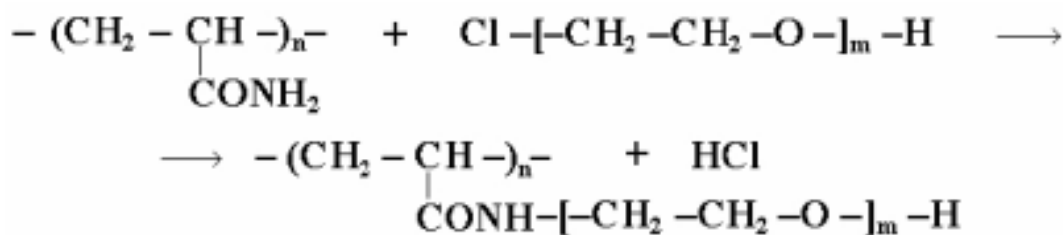
Если функциональные группы у одного гомополимера распределены вдоль цепи, а у другого гомополимера являются концевыми, то при их взаимодействии получают привитые сополимеры:



Пример получения блоксополимера путём конденсации функциональных групп различных гомополимеров:



Пример получения привитого сополимера путём конденсации функциональных групп различных гомополимеров:



Образование привитых сополимеров возможно и с помощью низкомолекулярных бифункциональных сшивающих агентов (диизоцианатов, диаминов, дихлорангидридов и др.)

Пример:

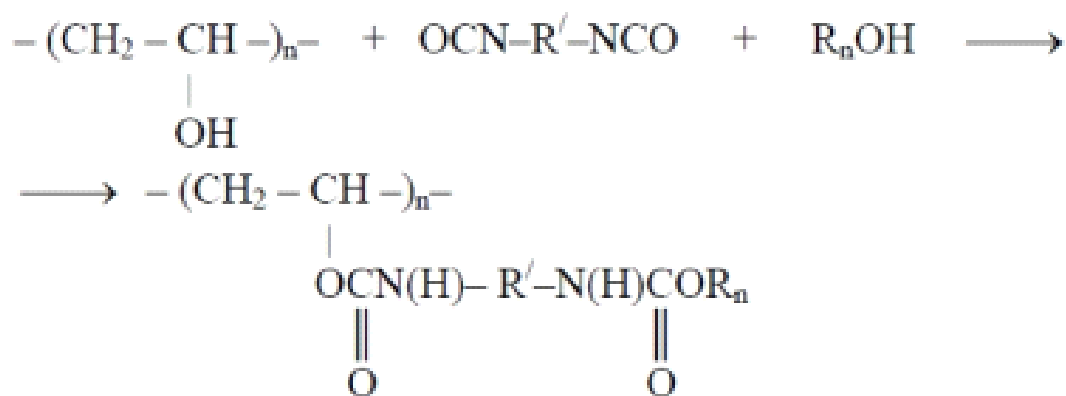


Рисунок 16 – Пример сополимеризации диизоцианатов

Преимуществом такого способа получения привитых сополимеров является возможность использования в качестве боковых цепей готовых полимеров с требуемыми свойствами, а недостатками является низкая скорость конденсации и небольшие выходы привитых сополимеров вследствие трудности проведения реакции до полного превращения реагентов.

2.2 Введение функциональных групп в макромолекулу

Если в полимерах нет реакционноспособных функциональных групп для получения блоксополимеров и привитых сополимеров, то необходимые функциональные группы могут быть введены в полимеры несколькими способами:

1) Сополимеризация исходного мономера с небольшими добавками другого мономера, содержащего функциональные группы.

Например, метилметакрилат сополимеризуют с небольшим количеством акриловой кислоты и получают сополимер, содержащий в макромолекулах

небольшое число карбоксильных групп:

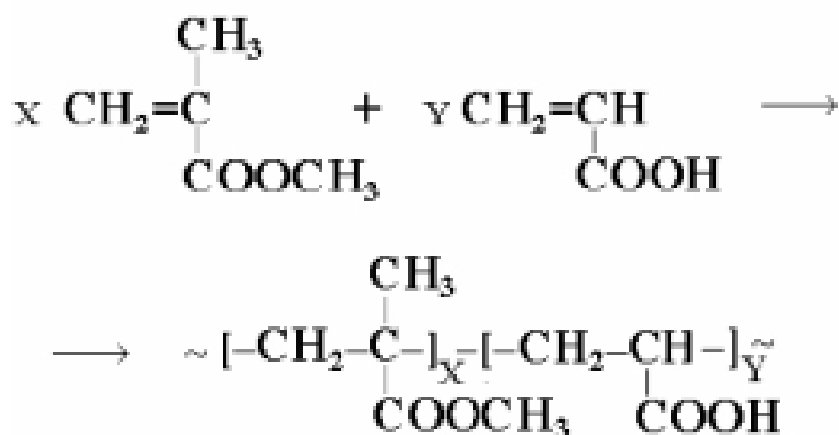


Рисунок 17 – Сополимер метиметакрилата с акриловой кислотой

Аналогично можно ввести в цепи гидроксильные, эпоксидные, изоцианатные и хлорангидридные группы.

Функциональные группы в состав макромолекул полимеров можно ввести путем реакций полимераналогичных превращений.

Например, частичный гидролиз нитрильных групп в макромолекулах ПАН приводит к появлению в цепи карбоксильных групп:

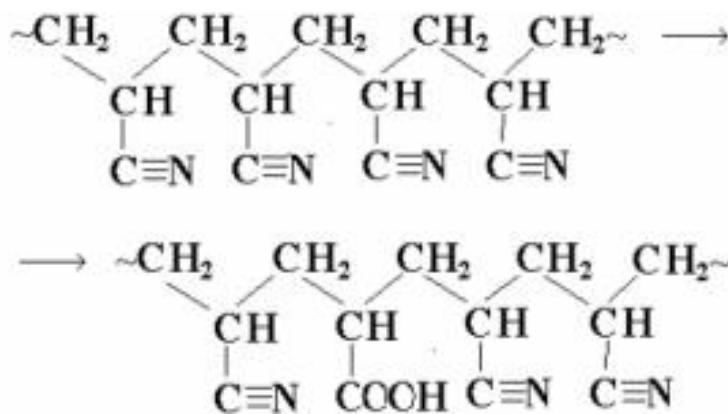
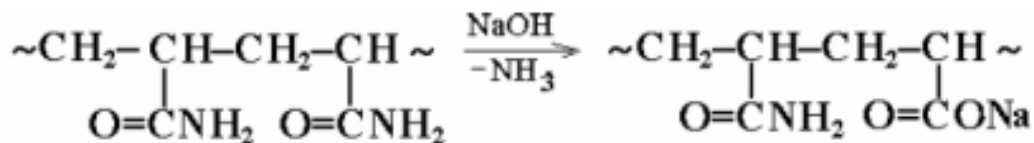


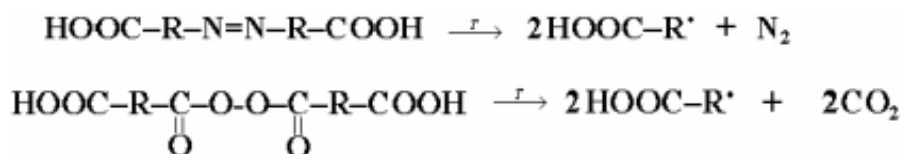
Рисунок 18 – Появление в цепи в цепи карбоксильных групп

Другим примером образования функциональных групп в макромолекуле полимера путем реакции полимераналогичных превращений является частичный щелочной гидролиз полиакриламида, который используется в промышленности

для получения сополимера акриламида с акрилатом натрия:



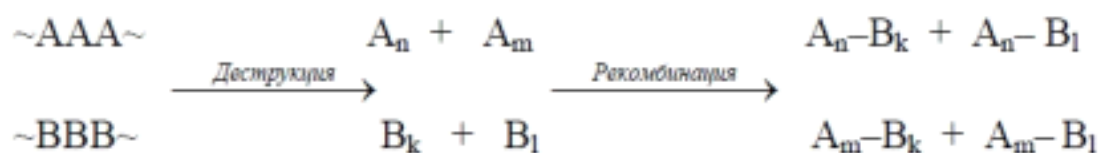
3) Полимеры с функциональными группами могут быть получены при использовании инициаторов, содержащих эти группы. При распаде таких инициаторов образуются свободные радикалы, содержащие функциональные группы.



Полимерные цепи, растущие на приведенных свободных радикалах, несут на одном конце функциональные группы. При обрыве цепи рекомбинацией получается макромолекула, имеющая на обоих концах функциональные группы, а при обрыве цепи диспропорционированием - функциональные группы будут на одном конце макромолекулы.

(Б) Рекомбинация макрорадикалов

При механических воздействиях на полимер (вальцевание, экструзия, действие ультразвука, гидравлический удар и др.) макромолекулы разрываются с образованием активных осколков цепей (главным образом радикальной природы). Механической деструкцией смеси двух гомополимеров получают макрорадикалы с различными звеньями А и В. Затем в результате рекомбинации различных по природе макрорадикалов получают блоксополимеры:



Обычно механохимический метод применяют для получения блоксополимеров из различных эластомеров с малыми добавками жесткоцепных полимеров с целью улучшения их физико-механических свойств (прочности, жесткости и др.), а также для повышения ударной прочности ряда жесткоцепных полимеров (ПАН, ПС) путём добавления к ним малых добавок эластомеров.

Однако при механодеструкции образование блоксополимеров осложняется реакциями передачи цепи, диспропорционирования и др. Эти реакции приводят к получению смеси блоксополимеров, разветвленных и сшитых полимеров.

Прививку методом передачи цепи проводят в массе, растворе, суспензии и эмульсии. Этим методом в промышленности получают ударопрочный ПС, сополимеры акрилонитрила, бутадиена и стирола (АВС-пластик).

3. Объект и методы исследования

3.1 Объекты исследования

Атактический полипропилен выделяется из отработанного гептана, поступающего из отделения полимеризации.

АПП ТУ 2211-056-05796653-98, марки: АПП-Г, АПП-Г/Б, АПП-Б, аморфный термопластичный материал, проявляющий повышенные адгезионные свойства в расплавленном или растворенном состоянии. Выпускается гранулированным в виде пластин, опудренных тальком [2].

Применяется для приготовления полимерных, битумно-полимерных и полимерноминеральных мастик, индивидуальных расплавов и композиций, применяемых в качестве противокоррозионных покрытий подземных трубопроводов, различных строительных конструкций, сооружений промышленного оборудования, для улучшения физико-механических свойств асфальтовых композиций и шпатлевок, а также в резинообувной промышленности в качестве добавок к резиновым смесям.

Таблица 3 – Физико-химические показатели АПП

| Наименование показателей | Норма для марки | | |
|---|--|---------|-------|
| | АПП-Г | АПП-Г/Б | АПП-Б |
| Внешний вид | Аморфное вещество от светло-серого до темно-серого цвета (каучукоподобные ленты) | | |
| Содержание массовой доли летучих веществ, %, не более | 3 | 3 | 3 |
| Массовая доля золы, %, не более | 3 | 3 | 3 |
| Содержание изотактической фракции, %, не более | 40 | 40 | 40 |

| | | | |
|---|-----------|--------------|-----------|
| Глубина проникновения иглы при температуре 25 °С и нагрузке 100 г, мм, не более | 60 | 60 | 60 |
| Точка плавления, °С, в пределах | 100 - 160 | 100 - 160 | 100 - 160 |
| Вязкость при температуре 180 °С, СПа, в пределах | 80 - 5000 | 5100 - 15000 | до 500000 |

Стирол, марки ч, стабилизированный 1%-ным гидрохиноном, очищали от стабилизатора 5%-ным водным раствором натриевой щелочи, промывали водой до нейтральной реакции, сушили над прокалённым хлористым калием и дважды перегоняли в вакууме. Использовали фракцию, кипящую при 41°С (16 мм рт. ст.), плотность - 0.906 г/см³, показатель преломления = 1.545.

Персульфат калия, марки хч, использовали без дополнительной очистки.

ДАК — технический продукт, дважды перекристаллизовывали из метанола и сушили в вакууме до постоянной массы.

Перекись бензоила и перекись лаурила (ПЛ) дважды переосаждали метанолом из раствора в хлороформе, сушили в вакууме до постоянной массы.

Полимеризацию проводили при 70-85°С (в зависимости от типа используемого инициатора). Перемешивание реакционной системы осуществлялось магнитной мешалкой (скорость вращения 150 об/мин).

Акриловая кислота (пропеновая кислота, этенкарбоновая кислота) $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ — простейший представитель одноосновных непредельных карбоновых кислот. Акриловая кислота представляет собой бесцветную жидкость с резким запахом, растворимую в воде и органических растворителях (мол м: 72,06 г/моль; плотность: 1,051 г/см³; тпл: 13°С ; ткип: 141°С).

Малеиновый ангидрид — органическое соединение с формулой $\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$. В чистом состоянии — бесцветное или белое твёрдое вещество.

Химические свойства maleinového ангидрида чрезвычайно разнообразны,

из-за его высокой реакционной способности и наличии двух функциональных групп:

При взаимодействии с водой образуется малеиновая кислота, цис- $\text{HO}_2\text{CCH}=\text{CHCO}_2\text{H}$. При взаимодействии со спиртами образуются неполные эфиры, например, цис- $\text{HO}_2\text{CCH}=\text{CHCO}_2\text{CH}_3$

Малеиновый ангидрид — очень активный диенофил в реакциях Дильса-Альдера

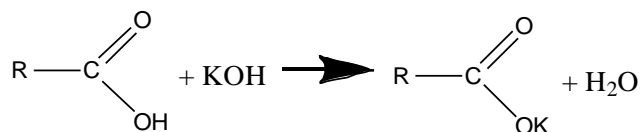
Малеиновый ангидрид также используется для производства тетрагидрофурана. Акриловая кислота

3.2 Методы исследования

3.2.1 Методика определения кислотного числа

Кислотное число (коэффициент кислотности) — количество едкого калия (KOH) в мг, израсходованного на нейтрализацию кислых соединений, содержащихся в 1г анализируемого продукта. Характеризует содержание в веществе свободных кислот.

Определяли кислотное число объёмным титрованием раствором едкого калия навески продукта, растворенного в спиртотолуольной смеси. При этом протекает реакция:



Методика определения КЧ следующая. Две чистые сухие колбы из термостойкого стекла емкостью по 100 мл со шлифами, взвешенные на аналитических весах, помещают навеску по 0,1г анализируемого вещества. Взвешивание проводят на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. В колбы приливают 10 мл толуола, добавляют 3-4 капли индикатора (фенолфталеина) и титровали 0,1н спиртовым раствором гидроксида калия. Конец титрования определяют по изменению окраски раствора от серо-фиолетовой в кислой среде

до розовой в щелочной. Параллельно проводят титрование толуола без навески анализируемого вещества (холостой опыт).

Далее определяют нормальность 0,1н раствора КОН, для этого титровали раствором КОН 0,1н НСl. Точку эквивалентности определяют визуально по индикатору фенолфталеину.

$$C_{\text{н КОН}} = \frac{(C_{\text{н}} \cdot V)_{\text{НСl}}}{V_{\text{КОН}}},$$

где $C_{\text{н КОН}}$ – нормальность КОН; $C_{\text{н НСl}}$ – нормальность НСl; $V_{\text{КОН}}$ – объем гидроксида, пошедший на титрование соляной кислоты, мл; $V_{\text{НСl}}$ – объем соляной кислоты, мл.

Поправка на 0,1н раствор КОН рассчитывали по формуле:

$$K = \frac{C_{\text{н КОН}}}{0,1}$$

Кислотное число (КЧ) вычисляли по формуле:

$$\text{КЧ} = \frac{(a - b) \cdot 0,0056 \cdot K \cdot 1000}{g},$$

где a – объем 0,1 н раствора КОН, пошедший на титрование анализируемого вещества, мл; b – объем 0,1 н раствора КОН, пошедшего на титрование холостой пробы, мл; 0,0056 – число грамм КОН в 1 мл 0,1 н раствора КОН; K – поправка на 0,1 н раствор КОН; g – навеска анализируемого вещества, г.

3.2.2. Определение температуры размягчения и плавления полимеров

Температура размягчения – это температура, при которой в процессе нагревания резко возрастает деформируемость образца. Температура размягчения – условная характеристика, определяющая теплостойкость полимерного тела, а также возможность технологической переработки полимерного материала.

Температуры плавления и размягчения определяли следующим образом – на прибор, состоящий из нагревательного блока, установленного на плитке, и

термометра, контролирующего температуру, помещается небольшое количество полимера. Температура постепенно поднимается до тех пор, пока полимер не расплавится или не размягчится достаточно, чтобы он мог легко деформироваться.

3.2.3 Определение молекулярной массы криоскопическим методом

Метод основан на понижении температуры замерзания растворителя пропорционально числу молей растворенного в нем вещества. Криоскопический метод применяется для определения молекулярных весов полимеров в пределах 1000—20 000.

Установка. Для определения молекулярного веса используют установку Бекмана (рисунок 30), которая состоит из толстостенной пробирки 4, вставленной в широкую пробирку 5. Последняя вставляется в стеклянный термостат 3, куда помещают лед и воду. В пробирку 4 через пробку пропущены мешалка 2 и термометр Бекмана 1.

Ход определения. В пробирку 4 наливают 20 г очищенного растворителя и погружают ее в охлаждающую смесь, где выдерживают до начала кристаллизации растворителя. Затем пробирку 4 помещают в пробирку 5, включают мешалку и перемешивают растворитель. При этом закристаллизовавшийся и жидкий растворитель смешиваются, и температура его повышается. Из-за переохлаждения растворителя температура первое время снижается и становится немного ниже температуры кристаллизации, далее из-за выделения теплоты кристаллизации растет и какое-то время остается постоянной. Этот участок и будет являться температурой замерзания растворителя.

Максимальное повышение температуры, являющееся точкой замерзания растворителя, регистрируют. После этого пробирку 4 вынимают из пробирки 5 и оставляют до расплавления растворителя. В расплавившийся растворитель вводят навеску полимера, при помешивании ее растворяют, затем вновь помещают пробирку 4

в пробирку 5 и дают жидкости охладиться. Далее при энергичном помешивании раствора следят за повышением температуры и отмечают максимальное ее значение, считая его температурой замерзания раствора.

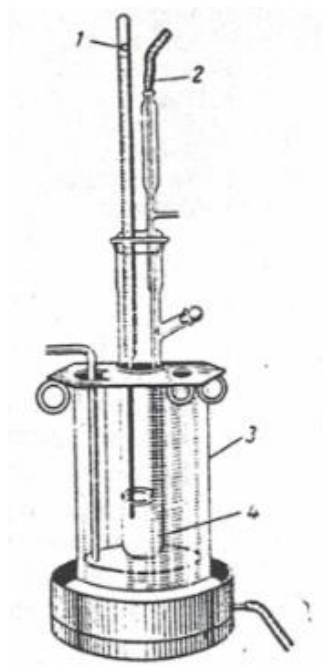


Рисунок 19 – Установка для определения молекулярного веса криоскопическим методом:

1-термометр Бекмана; 2- мешалка; 3- цилиндр; 4- толстостенная пробирка с боковой трубкой.

Расчет. Численное значение молекулярного веса полимера М вычисляют по следующей формуле:

$$M = \frac{K \cdot g \cdot 1000}{g_1(t_2 - t_1)}$$

Где К- криоскопическая постоянная;

g - масса полимера;

g₁ - масса растворителя;

t₁ - температура замерзания раствора;

t₂ – температура замерзания растворителя.

6. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

6.1 Предпроектный анализ

6.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Целевым рынком являются строительные, нефтяные компании, а также предприятия с динамическим оборудованием. Атактический полипропилен (АПП) является побочным продуктом полимеризации пропилена. Существует технология отделения АПП из среды растворителя и дальнейшей переработки в форму, востребованную на рынке. Разрабатываемый проект предназначен для получения продукта – сополимера АПП с виниловыми мономерами, который будет использоваться в качестве смазывающего компонента.

6.1.2 Диаграмма Исикавы

Диаграмма причины-следствия Исикавы (Cause-and-Effect-Diagram) – это графический метод анализа и формирования причинно-следственных связей, инструментальное средство для систематического определения причин проблемы и последующего графического представления.

Область применения диаграммы:

- выявление причин возникновения проблемы;
- анализ и структурирование процессов на предприятии;
- оценка причинно-следственных связей.

Сначала формулируется существенная проблема или дефект качества.

Главные категории потенциальных причин – это оборудование, материалы, человек, процессы, менеджмент, измерительные средства и т.д. Для каждой главной категории на диаграмму наносятся все вероятные причины проблемы. Диаграмма Исикавы представлена на рисунке 1.

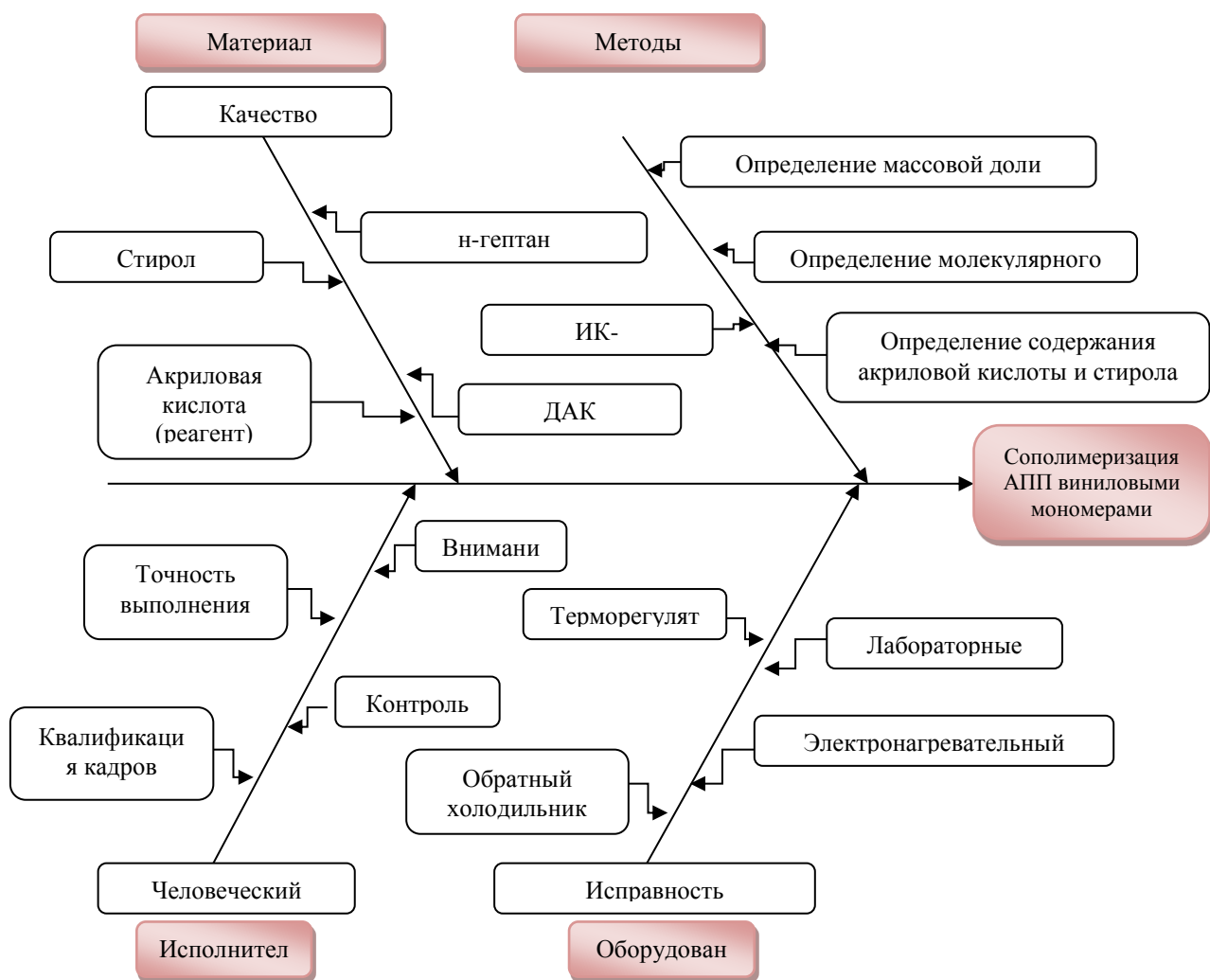


Рисунок 26 – Диаграмма Исикавы

6.2 Оценка готовности проекта к коммерциализации

На какой бы стадии жизненного цикла не находилась научная разработка полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения (или завершения). Для этого необходимо заполнить специальную форму, содержащую показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта. Перечень вопросов приведен в таблице 11.

Таблица 11 – Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

| п/п | Наименование | Степень проработанности | Уровень имеющихся |
|-----|--------------|-------------------------|-------------------|
|-----|--------------|-------------------------|-------------------|

| | | научного проекта | знаний у разработчика |
|--|--|------------------|-----------------------|
| | Определен имеющийся научно-технический задел | 4 | 4 |
| | Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела | 4 | 3 |
| | Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке | 4 | 4 |
| | Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок | 4 | 3 |
| | Определены авторы и осуществлена охрана их прав | 4 | 4 |
| | Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности | 3 | 3 |
| | Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта | 3 | 3 |
| | Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки | 2 | 2 |
| | Определены пути продвижения научной разработки на рынок | 3 | 3 |
| | Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки | 3 | 3 |
| | Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок | 2 | 2 |
| | Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры | 1 | 2 |

| | | | |
|--|--|----|----|
| | поддержки, получения льгот | | |
| | Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки | 3 | 2 |
| | Имеется команда для коммерциализации научной разработки | 3 | 3 |
| | Проработан механизм реализации научного проекта | 3 | 3 |
| | ИТОГО БАЛЛОВ | 46 | 41 |

При проведении анализа по таблице, приведенной выше, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При этом система измерения по каждому направлению (степень проработанности научного проекта, уровень имеющихся знаний у разработчика) отличается. Так, при оценке степени проработанности научного проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла – выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаю, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. Уровень имеющихся знаний у разработчика является средним (41 балла), а перспективность самого проекта выше среднего (46 баллов).

Можно сделать вывод, что необходимо дополнительно проработать вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот, а также международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок.

6.3 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

При коммерциализации научно-технических разработок продавец (а это, как правило, владелец соответствующих объектов интеллектуальной собственности), преследует вполне определенную цель, которая во многом зависит от того, куда в последующем он намерен направить (использовать, вложить) полученный коммерческий эффект. Это может быть получение средств для продолжения своих научных исследований и разработок (получение финансирования, оборудования, уникальных материалов, других научно-технических разработок и т.д.), одноразовое получение финансовых ресурсов для каких-либо целей или для накопления, обеспечение постоянного притока финансовых средств, а также их различные сочетания.

На данной стадии представленной научной разработки успешному продвижению способствует торговля патентными лицензиями, с помощью которой будет достигнута передача третьим лицам интеллектуальной собственности на лицензионной основе. Также возможна организация совместного предприятия «университет – производство», когда идеи первого реализуются ресурсами второго.

6.4 Инициация проекта

Под заинтересованными сторонами проекта понимаются лица или организации, которые активно участвуют в проекте или интересы которых могут быть затронуты как положительно, так и отрицательно в ходе исполнения или в результате завершения проекта. Это могут быть заказчики, спонсоры, общественность и т.п. Информация по заинтересованным сторонам проекта представлена в табл. 2.

Таблица 12 – Заинтересованные стороны проекта

| Заинтересованные | стороны | Ожидания | заинтересованных |
|-------------------------|----------------|-----------------|-------------------------|
|-------------------------|----------------|-----------------|-------------------------|

| проекта | сторон |
|--|---|
| Разработчик проекта | Исследование свойств новых полученных материалов и разработка технологии их получения |
| Национальный исследовательский Томский политехнический университет | Получение новых материалов, новых технологий; теоретическая и практическая значимость проекта, накопление базы знаний |
| Химические и нефтехимические производства | Усовершенствование существующей технологии |

В таблице 13 представлена информация о иерархии целей проекта и критериях их достижении.

Таблица 13 – Цели и результат проекта

| | |
|---|---|
| Цели проекта: | Получение и исследование свойств атактического полипропилена после его сополимеризации виниловыми мономерами ; |
| Ожидаемые результаты проекта: | Выбор оптимальных условий модификации атактического полипропилена для получения материалов с высокими техническими характеристиками; Целесообразность использования полученного АПП в качестве компонента смазочных композиций |
| Критерии приемки результата проекта: | Определение физико-механических показателей и свойств атактического полипропилена путем испытания его на изменение температуры плавления, молекулярного веса, твердости по Шору и вязкости. |
| Требования к результату проекта: | Требование: Целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ |

| | |
|--|---|
| | Модифицированные атактический полипропилен превосходящий по свойствам исходный |
|--|---|

6.5 Организационная структура проекта

В ходе реализации научного проекта, помимо магистранта, задействован также руководитель проекта, который отвечает за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирует деятельность магистранта. В данном случае эту роль выполняет руководитель магистерской диссертации. Экспертами выступают консультанты. Участники рабочей группы, их функции и трудозатраты приведены в таблице 4.

Таблица 14 – Рабочая группа проекта

| ФИО, место работы, должность | Роль в проекте | Функции | Трудо- затраты, ч. |
|---|---------------------------|--|-------------------------------|
| Ротарь О.В., НИТПУ ИШПР, доцент ОХИ, к.х.н. | Руководи- тель | Координация деятельности проекта | 100 |
| Криницына З.В., НИТПУ, доцент ОСГН, к.т.н. | Эксперт | Консультирование по выполнению раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффектив- ность и ресурсосбереже- ние» | 4 |
| Король И.С., НИТПУ, доцент ОКиД, к.х.н. | Эксперт | Консультирование по выполнению раздела | 4 |

| | | | |
|--|------------------|---|-----|
| | | «Социальная ответственность» | |
| Рыманова И.Е., НИТПУ, ст.преподаватель ОИЯ | Эксперт | Консультирование по выполнению раздела на английском языке | 4 |
| Пименова А.С., НИТПУ ИШПР, магистрант ОХИ | Исполни- тель | Выполнение ВКР | 784 |
| ИТОГО: | | | 900 |

В ходе реализации научного проекта, помимо магистранта, задействован ряд специалистов:

- *Руководитель проекта* – отвечает за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирует деятельность участников проекта. В большинстве случаев эту роль выполняет руководитель магистерской диссертации.
- *Эксперт проекта* – специалист, обладающий компетенциями (специальными знаниями и опытом), которых нет у участников рабочей группы проекта и руководителя проекта. В магистерской работе эту роль выполняют консультанты.
- *Исполнитель по проекту* – специалист, выполняющий отдельные работы по проекту. В случае, если магистерская работа является законченным научным исследованием – исполнителем проекта является магистрант. В случае, если магистерская работа является частью научного проекта, исполнителей может быть несколько.

6.6 Ограничения и допущения проекта

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а так же «границы проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованы в рамках данного проекта.

Таблица 15 – Ограничения проекта

| Факторы | Ограничения/допущения |
|--|------------------------------|
| Бюджет проекта | - |
| Источник финансирования | ОХИ НИ ТПУ |
| Сроки проекта: | 17 месяцев |
| Дата утверждения плана управления проектом | 1.10.2016 |
| Дата завершения проекта | 1.06.2018 |
| Прочие ограничения и допущения | - |

Примечания: К прочим ограничениям могут относиться ограничения на количество ресурсов (например, ограничения по времени использования научного оборудования, времени работы участников проекта), ограничения, связанные с законодательством, окружающей средой и т.д.

6.7 Планирование управления научно-техническим проектом

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения данных целей.

6.7.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ.

Иерархическая структура работ представляет собой совокупность элементов, выполненных в удобной графической форме. Графическое представление имеет ряд преимуществ перед списочным составом задач или работ. За счет наглядности ИСР и коллегиального труда над ее созданием достигается большая вовлеченность и мотивация команды, уровень коммуникаций повышается, улучшается мониторинг операций и их контроль. Кроме того, визуальная форма позволяет охватить всю архитектуру проекта одним взглядом.



Рисунок 27 – Иерархическая структура работ по проекту

6.7.2 Контрольные события проекта

Таблица 16 – Контрольные события проекта

| п/п | Контрольное событие | Дата | Результат (подтверждающий документ) |
|-----|---|------------|--|
| 1 | Защита научно-исследовательской работы в семестре | 29.12.2016 | Зачтено |
| 2 | Защита производственной | 14.09.2017 | «Отлично» |

| | | | |
|---|---|------------|-----------------------|
| | практики | | |
| 3 | Защита научно-исследовательской работы в семестре | 18.06.2017 | Зачтено |
| 4 | Защита научно-исследовательской работы в семестре | 25.12.2017 | Зачтено |
| 5 | Защита научно-исследовательской практики | 15.03.2018 | «Хорошо» |
| 6 | Участие в научной конференции имени академика Усова | 4.04.2018 | Сертификат об участии |
| 7 | Участие в научном симпозиуме имени академика Кулева | 20.05.2018 | Сертификат об участии |
| 8 | Защита преддипломной практики | 5.06.2018 | - |
| 9 | Защита ВКР | 15.06.2018 | - |

6.8 План проекта

В качестве метода планирования выбираем линейный график (таблица 6), поскольку данная работа характеризуется сравнительно небольшим количеством этапов и исполнителей.



Таблица 17 – Календарный план проекта





| Название | Длительность, дни | Дата начала работ | Дата окончания работ | Состав участников (ФИО исполнителей) |
|---|-------------------|-------------------|----------------------|--------------------------------------|
| Составление технического задания | 30 | 1.09.16 | 30.09.16 | Ротарь Ольга Васильевна |
| Изучение литературы, составление литературного обзора | 92 | 1.10.16 | 31.12.16 | Пименова Александра Сергеевна |

| | | | | |
|--|------------|---------------------|----------------------|--|
| Патентный поиск | 15 | 1.01.17 | 15.01.17 | Пименова Александра Сергеевна |
| Выполнение экспериментальной части | 166 222 | 16.01.17 1.09.17 | 30.06.17 10.04.18 | Пименова Александра Сергеевна |
| Обсуждение полученных результатов | 10 | 11.04.18 | 20.04.18 | Пименова Александра Сергеевна, Ротарь Ольга Васильевна |
| Оформление выводов | 14 | 21.04.18 | 4.05.18 | Пименова Александра Сергеевна |
| Оформление пояснительной записки | 37 | 5.05.18 | 10.06.18 | Пименова Александра Сергеевна |
| ИТОГО: | 586 | 1.09.16 | 10.06.18 | |

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм, который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. Для данного проекта диаграмма Ганта представлена в таблице 8.

Таблица 18 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

| Вид работ | к. ал. дн . | Продолжительность выполнения работ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------------------------|-------------|---|---|--------|---------|----------|---------|------|--------|-----|------|------|--------|----------|---------|--------|---------|----------|---------|------|--------|-----|------|
| | | 2016год | | | | 2017 год | | | | | | | | | | | | 2018 год | | | | | |
| | | сентябрь | октябрь | ноябрь | декабрь | январь | февраль | март | апрель | май | июнь | июль | август | сентябрь | октябрь | ноябрь | декабрь | январь | февраль | март | апрель | май | июнь |
| Составление технического задания | 0 |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Изучение литературы, составление | 2 | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|----|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| литерату р-ного обзора | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Пат ентный поиск | 5 | | | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Вы полнение эксперим ен- тальной части | 88 | | | | |  | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Об суждение полученн ых результат ов | 0 | | | | | | | | | | | | | | | | | |   | | | | |

6. 9 Бюджет научного исследования

Планируемые затраты группируются по статьям, представленным в таблице 9. В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода.

Таблица 19 – Группировка затрат по статьям

| Вид работ | Сырье, материалы, полуфабрикаты | Оборудование для экспериментальных работ |
|---|---|---|
| Модификация атактического полипропилена | Атактический полипропилен, акриловая кислота, гептан, стирол, изопропиловый спирт, ДАК. | Лабораторный реактор с обратным холодильником и механической мешалкой, трехгорлая колба, электроплита одноконфорочная, терморегулятор, капельная воронка, делительная воронка |
| Анализ модифицированно го АПП | Толуол, гептан, соляная кислота, фенолфталеин, изопропиловый спирт. | Микробюретка, пипетки, груша, мерные стаканы и цилиндры, стеклянные колбы, ступка с пестиком, стеклянные палочки, аналитические весы, ИК-спектрометр |

Расчет стоимости материальных затрат производился по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включены транспортно-заготовительные расходы (4 % от цены). Сюда же включены затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов). Результаты по данной статье представлены в таблице 20.

Таблица 20 – Затраты на сырье, материалы, полуфабрикаты

| Наименование | Единица измерения | Количество | Цена за единицу с НДС, руб. | Сумма, руб. |
|--|-------------------|------------|-----------------------------|-------------|
| Атактический полипропилен | кг | 1 | 13 | 13 |
| Акриловая кислота | л | 1 | 170 | 170 |
| Гептан | л | 1 | 271 | 271 |
| Стирол | л | 1 | 256 | 256 |
| ДАК | кг | 1 | 255 | 255 |
| Изопропиловый спирт | л | 1 | 100 | 100 |
| Соляная кислота (концентрированная) | л | 1 | 220 | 220 |
| Толуол | л | 1 | 54 | 54 |
| Фенолфталеин | кг | 0,1 | 200 | 200 |
| Всего за материалы | | | | 1529 |
| Транспортно-заготовительные расходы (4%) | | | | 61,2 |
| Итого: | | | | 1590,2 |

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включены все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме.

Таблица 21 –Затраты на оборудование

| Наименование | Единица измерения | Кол-во | Цена за единицу с НДС, руб. | Сумма, руб. |
|--------------|-------------------|--------|-----------------------------|-------------|
| | | | | |

| | | | | |
|---------------------------------------|----------------------|----|------|------|
| Трехгорлая колба, 500 мл | шт | 1 | 295 | 295 |
| Обратный холодильник | шт | 1 | 1490 | 1490 |
| Цилиндр мерный стеклянный, 1000 мл | шт | 1 | 363 | 363 |
| Колба коническая, 250 мл | шт | 1 | 132 | 132 |
| Колба коническая, 500 мл | шт | 1 | 300 | 300 |
| Делительная воронка, 500 мл | шт | 1 | 690 | 690 |
| Капельная воронка, 100 мл | шт | 1 | 450 | 450 |
| Стакан стеклянный, 1000 мл | шт | 1 | 160 | 160 |
| Стакан стеклянный, 100 мл | шт | 10 | 68 | 680 |
| Пипетка, 1 мл | шт | 1 | 15 | 15 |
| Пипетка, 5 мл | шт | 2 | 20 | 40 |
| Пипетка, 10 мл | шт | 2 | 25 | 50 |
| Груша | шт | 1 | 10 | 10 |
| Пробирка плоскодонная, 10 мл | упаковка (100 шт) | 1 | 180 | 180 |
| Ступка с пестиком, | шт | 1 | 400 | 400 |
| Скальпель | шт | 1 | 60 | 60 |
| Палочка стеклянная | шт | 2 | 10 | 20 |
| Термометр ртутный, 0–250 °С | шт | 1 | 520 | 520 |
| Электроплита | шт | 1 | 700 | 700 |
| Механическая мешалка | шт | 1 | 6450 | 6450 |
| Терморегулятор | шт | 1 | 5290 | 5290 |
| Весы аналитические | шт | 1 | 6270 | 6270 |
| Штатив | шт | 1 | 1000 | 1000 |
| Шприц, 1мл | шт | 10 | 2 | 20 |
| Шприц, 5 мл | шт | 10 | 4 | 40 |
| Перчатки химические | пара | 10 | 8 | 80 |
| Халат | шт | 1 | 400 | 400 |

| | | | |
|--|-------|--|---------|
| Всего за материалы и оборудование | 26105 | | |
| Транспортно-заготовительные расходы (4%) | | | 1044,2 |
| Итого: | | | 27149,2 |

Основная заработная плата

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату.

$$C_{\text{зп}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}},$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата;

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{раб}},$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{\text{р}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}},$$

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб.дня $M=11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб.дней $M=10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб.дн. (таблица 12).

Таблица 22 – Баланс рабочего времени

| Показатели рабочего времени | Руководитель | Магистрант |
|--|--------------|------------|
| Календарное число дней | 365 | 365 |
| Количество нерабочих дней | | |
| - выходные дни | 52 | 52 |
| - праздничные дни | 14 | 14 |
| Потери рабочего времени | | |
| - отпуск | 48 | 48 |
| - невыходы по болезни | - | - |
| Действительный годовой фонд рабочего времени | 251 | 251 |

Месячный должностной оклад работника:

$$З_{\text{м}} = З_{\text{б}} \cdot (k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}},$$

где $З_{\text{б}}$ – базовый оклад, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, (определяется Положением об оплате труда);

$k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: определяется Положением об оплате труда);

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Таблица 23 – Расчёт основной заработной платы

| Исполнители | $З_{\text{б}}$, руб. | $k_{\text{р}}$ | $З_{\text{м}}$, руб. | $З_{\text{дн}}$, руб. | $T_{\text{р}}$, раб.дн. | $З_{\text{осн}}$, руб. |
|--------------|-----------------------|----------------|-----------------------|------------------------|--------------------------|-------------------------|
| Руководитель | 23264,86 | 1,3 | 30244,32 | 1253,15 | 40 | 50126 |
| Магистрант | 18000 | 1,3 | 23400 | 969,56 | 556 | 539075,36 |
| Итого: | | | | | | 589201,36 |

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10-15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в

выполнение темы:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}}$$

где $З_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты;

$З_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

В таблице 24 приведена форма расчёта основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 24 – Заработная плата исполнителей НТИ

| Заработная плата | Руководитель | Магистрант |
|-------------------------|--------------|------------|
| Основная зарплата | 50126 | 539075,36 |
| Дополнительная зарплата | 7518,9 | – |
| Итого: | 596720,26 | |

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды равный 30 %.

Результаты расчетов по данной статье представлены в таблице 25.

Таблица 25 – Отчисления на социальные нужды

| | Руководител ь | Магистрант |
|-----------------------------------|------------------|------------|
| Зарплата | 57644,90 | 539075,36 |
| Отчисления на социальные нужды | 17293,47 | – |
| Итого: | 614013,73 | |

Научные и производственные командировки

В эту статью включаются расходы по командировкам научного и производственного персонала, связанного с непосредственным выполнением

конкретного проекта, величина которых принимается в размере 10% от основной и дополнительной заработной платы всего персонала, занятого на выполнении данной темы.

Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями

На эту статью относится стоимость контрагентных работ, т.е. работ, выполненных сторонними организациями и предприятиями по заказу данной научно-технической организации, результаты которых используются в конкретном НТИ. Кроме того, на эту статью расходов относят оплату консультаций, использование Internet и т.д. Величина этих расходов определяется по договорным условиям.

Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. В расчетах эти расходы принимаются в размере 70 - 90 % от суммы основной заработной платы научно-производственного персонала данной научно-технической организации.

Накладные расходы составляют 80% от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где $k_{\text{накл}}$ – коэффициент накладных расходов.

В таблице 16 представлена группировка по всем статьям бюджета проекта, описанным выше.

Таблица 26 – Группировка затрат по статьям

| |
|--------|
| Статьи |
|--------|

| | | | | | | |
|--|--|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------|-------------------|------------------------------|
| Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты | Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ | Основная заработная плата | Дополнительная заработная плата | Отчисления на социальные нужды | Накладные расходы | Итого плановая себестоимость |
| 1590,2 | 27149,2 | 589201,36 | 7518,9 | 17293,47 | 477376,21 | 1120129,34 |

6.10 Матрица ответственности

Для распределения ответственности между участниками проекта формируется матрица ответственности (таблица 17)

Таблица 27 – Матрица ответственности

| Этапы проекта | И / Магистрант | У / Руководитель |
|---|-------------------|---------------------|
| Модификация атактического полипропилена | + | - |
| Приготовление сополимеров | + | - |
| Проведение испытаний на приборах | + | - |
| Анализ полученных данных | + | - |
| Оформление отчета | + | + |

Степень участия в проекте может характеризоваться следующим образом:

Ответственный (О)– лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход.

Исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта.

Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа проекта (если этап предусматривает утверждение).

Согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов проекта и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

6.11 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты. Информацию по данному разделу необходимо свести в таблицу.

Таблица 28 – Реестр рисков

| № | Риск | Потенциальное воздействие | Вероятность наступления (1-5) | Влияние риска (1-5) | Уровень риска* | Способы смягчения риска | Условия наступления |
|---|---------------|---------------------------|-------------------------------|---------------------|----------------|-------------------------|---------------------|
| 1 | Плохой АП | Выбор | 3 | 5 | Средний | Подбор эффективного АПП | Плохой показатель |
| 2 | Сбой приборов | Старение | 2 | 4 | Низкий | Поверка, ремонт | Неверные данные |

Примечание: Уровень риска может быть: высокий, средний или низкий в зависимости от вероятности наступления и степени влияния риска. Риски с наибольшей вероятностью наступления и высокой степенью влияния будут иметь высокий уровень, риски же с наименьшей вероятностью наступления и низкой степенью влияния соответственно низкий уровень.

Возможные риски проекта приведены на рисунке 28.

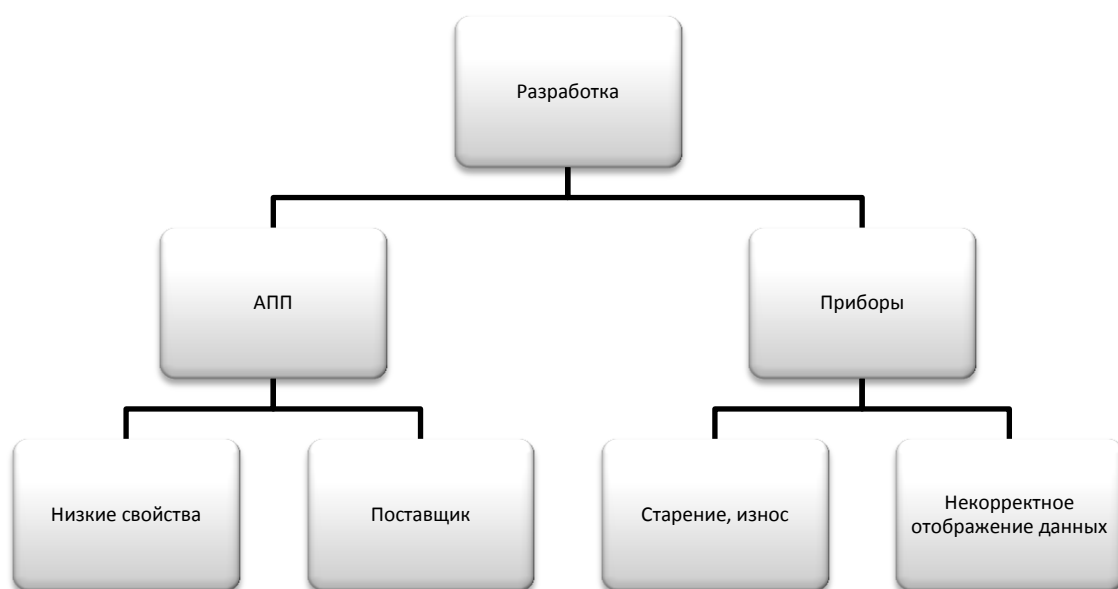


Рисунок 28 – Иерархическая структура рисков

6.12 План управления контрактами и поставками

Этот план формируется в случае необходимости заключения контрактов для осуществления поставок или работ по проекту. Данные по этому разделу сводятся в таблицу 29.

Таблица 29 – Требования к объектам контрактов

| № | Объект контракта (продукт/услуга) | Требования к продукту/услуге | Требования к срокам поставки | Требования к поставщику/подрядчику |
|---|--------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------|---|
| 1 | АПП | Не допускать нагрева выше 60 °С | Не более 14 дней | Мешки из бумаги и полипропилена, перевозка в крытом вагоне |
| 2 | Акриловая кислота | Плотно закрыт от утечек | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |
| 3 | Изопропиловый спирт | Герметичная упаковка | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |
| 4 | Соляная кислота | Герметичная упаковка | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |
| 5 | Гептан | Герметичная упаковка | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |

| | | | | |
|---|--------------|---|------------------|--|
| 6 | Стирол | Герметичная упаковка | Не более 3 дней | Беречь от попадания прямых солнечных лучей |
| 7 | Фенолфталеин | Герметичная упаковка, не нагревать до 25 °С | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |
| 8 | Толуол | Герметичная упаковка | Не более 3 дней | Бутылки из темного стекла |
| 9 | ДАК | Рассыпчатый | Не более 14 дней | Не допускать попадания влаги |

Таблица 30 – План закупок проекта

| № | Закупаемые материалы/услуги | Количество | Поставщик |
|---|-----------------------------|------------|-------------|
| 1 | АПП | 1 кг | ООО Полимер |
| 2 | Акриловая кислота | 1 л | ООО Полимер |
| 3 | Изопропиловый спирт | 1 л | ООО Полимер |
| 4 | Соляная кислота | 1 л | ООО Полимер |
| 5 | Гептан | 1 л | Химмедснаб |
| 6 | Стирол | 1 кг | Химмедснаб |
| 7 | Фенолфталеин | 1 л | Химмедснаб |
| 8 | Толуол | 1 л | Химмедснаб |
| 9 | ДАК | 0,2 кг | ООО Полимер |

6.13 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

6.13.1 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного

исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Таблица 31 – Группировка затрат (в рублях) по статьям аналогов разработки

| Вариант исполнения аналога № | Сырье, материалы | Специальное оборудование | Основная заработная плата | Отчисления на социальные нужды | Итого плановая себестоимость |
|------------------------------|------------------|--------------------------|---------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| 1 | 205600 | 940960,35 | 174115,60 | 47185,32 | 1367861,2 |

Рассчитаем значения интегрального финансового показателя для всех вариантов исполнения научного исследования:

$$\text{Для нашей разработки: } I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_p}{\Phi_{\max}} = \frac{1219055,85}{1686286,91} = 0,72$$

$$\text{Для первого аналога: } I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_{a2}}{\Phi_{\max}} = \frac{1367861,27}{1686286,91} = 0,81$$

где I_{Φ}^p – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i-го варианта исполнения;

Φ_{\max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное удешевление стоимости разработки в разы, следовательно, наша разработка обладает наименьшей стоимостью по сравнению с аналогами.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, \quad I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p$$

где I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов;

a_i – весовой коэффициент i-го параметра;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i-го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности представлен в таблице 32.

Таблица 32 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения

| Критерии | Весовой коэффициент параметра | Текущий проект | Аналог 1 |
|---------------------------------|-------------------------------|----------------|----------|
| Эксплуатационные характеристики | 0,5 | 5 | 4 |
| Надежность | 0,3 | 5 | 5 |
| Безопасность | 0,2 | 5 | 5 |
| ИТОГО | 1 | 5 | 4,5 |

$$I_m^p = 5*0,5+5*0,3+5*0,2 = 5$$

$$I_m^{a1} = 4*0,5+5*0,3+5*0,2 = 4,5$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{финр}^p$) и аналога ($I_{финр}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_{ф}^p}, \quad I_{финр}^a = \frac{I_m^a}{I_{ф}^a}$$

$$\text{Для нашей разработки: } I_{финр}^p = \frac{5}{0,72} = 6,94$$

$$\text{Для первого аналога: } I_{финр}^{a1} = \frac{4,5}{0,81} = 5,56$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта

и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта.

Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{финр}^p}{I_{финр}^a},$$

где \mathcal{E}_{cp} – сравнительная эффективность проекта;

$I_{финр}^p$ – интегральный показатель разработки;

$I_{финр}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Сравнение значений интегральных показателей эффективности (таблица 33) позволило определить, что существующий вариант решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности является наиболее приемлемым.

Таблица 33 – Сравнительная эффективность разработки

| Показатели | Аналог 1 | Разработ ка |
|--|----------|----------------|
| Интегральный финансовый показатель разработки | 0,81 | 0,72 |
| Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки | 4,50 | 5,00 |
| Интегральный показатель эффективности | 5,56 | 6,94 |
| Сравнительная эффективность вариантов исполнения | 1,25 | |

Таким образом, инвестиционный проект считается экономически выгодным.

Список публикаций

1. Гесс Т. -. , Пименова А. С. , Дудик Е. В. Модификация растительных нефтесорбентов [Электронный ресурс] // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XVII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П.Кулева, посвященной 120-летию Томского политехнического университета, Томск, 17-20 Мая 2016. - Томск: ТПУ, 2016 - С. 461-462. - Режим доступа: <http://files.mail.ru/A4DA9A98215947A8831A6BBD74328B1C>
2. Пименова А. С. , Гесс Т. -. Адсорбция нефти с водной поверхности природными сорбентами // Наука будущего – наука молодых: сборник тезисов участников форума: в 2 т., Казань, 20-23 Сентября 2016. - Москва: Инконсалт К, 2016 - Т. 2 - С. 432-434
3. Пименова А. С. , Сбитнев И. Н. , Капрелев В. Е. Модификация атактического полипропилена малеиновым ангидридом // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XVIII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва, Томск, 29 Мая-1 Июня 2017. - Томск: Изд-во ТПУ, 2017 - С. 489-490.